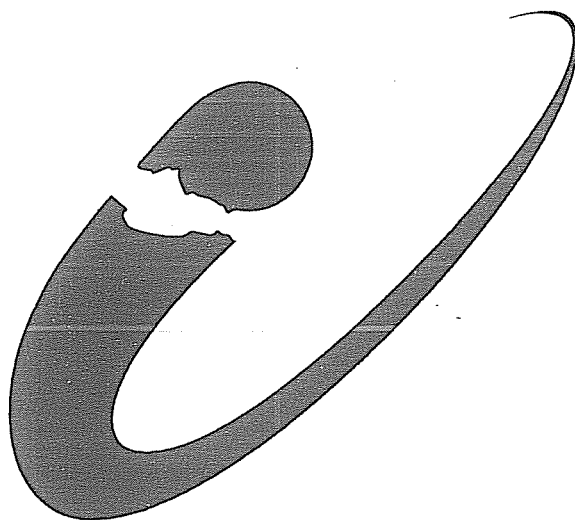


Comisión Nacional de Energía Atómica
Universidad Nacional de Cuyo

ESTUDIO DE DEFECTOS PLANARES
ASOCIADOS A LA TRANSFORMACION MARTENSITIC.
EN ALEACIONES BASE CU
POR MICROSCOPIA ELECTRONICA DE TRANSMISIOI

Adriana M. Condó



Instituto
Balseiro

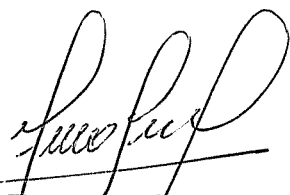
ESTUDIO DE DEFECTOS PLANARES
ASOCIADOS A LA TRANSFORMACION MARTENSITICA
EN ALEACIONES BASE CU
POR MICROSCOPIA ELECTRONICA DE TRANSMISION

Adriana M. Condó

Tesis presentada al Instituto Balseiro
Universidad Nacional de Cuyo y C.N.E.A.
para optar al título de Doctor en Física

Director de Tesis: *Dr. Francisco C. Lovey*

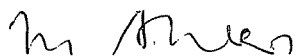
Asesor Científico: *Dr. Manfred Ahlers*



Dr. Francisco C. Lovey



Lic. Adriana M. Condó



Dr. Manfred Ahlers

SAN CARLOS DE BARILOCHE
MAYO 1997

Agradecimientos

Quisiera expresar mi gratitud a todas las personas que colaboraron con el presente trabajo:

Dr. F. C. Lovey, quien me transmitió sus conocimientos en microscopía electrónica, por su constante atención y estímulo, y por las fructíferas discusiones sobre este trabajo.

Dr. M. Ahlers por su permanente entusiasmo en el tema, fuente de inspiración.

Dr. J. L. Pelegrina por su asistencia tanto en el uso de los equipos experimentales de TEM, R-X, etc., como en el estudio de las transformaciones martensíticas.

Dr. A. Tolley por su asistencia en temas relacionados con la microscopía electrónica, en particular con la técnica de alta resolución.

Dr. J. Malarría e Ing. A. Yawny por sus prácticos consejos experimentales.

Dr. P. L. Rodríguez por su asesoramiento con los programas de simulación de imágenes.

Lic. A. Baruj por su siempre dispuesta colaboración en materia de computación.

B. Pentke por su gran ayuda técnica con los microscopios y su eficiente procesamiento de fotografías.

C. Gómez por su pronta disposición en la preparación de muestras.

Facundo Castro, no sólo por su desinteresada ayuda y sus sugerencias en la elaboración del manuscrito de esta tesis, sino también por su constante apoyo.

Todos los integrantes de la División Metales, personal técnico, del Taller y de la Biblioteca, por la generosa colaboración y el cálido ambiente de trabajo que me brindaron.

Mis padres por su esfuerzo, dedicación y la educación que me brindaron.

Mis hermanos y familiares por su estímulo y cercanía más allá de la distancia.

Mis amigos, en especial Javier Briático por haberme incentivado desde un primer momento.

Todos aquellos que facilitaron mi tarea.

Resumen

En este trabajo se analizan los defectos planares que se encuentran en planos no-compactos (fallas no-basales) en las fases martensíticas 2H y 18R de aleaciones de Cu-Zn-Al. El estudio se realizó empleando microscopía electrónica de transmisión (TEM) combinando la técnica de difracción en condición de dos haces, microscopía electrónica de alta resolución (HRTEM) y simulaciones computacionales de las imágenes.

Se determinaron los vectores desplazamiento de las fallas. Se encontró que estos vectores son diferentes de los vectores de las fallas basales, si bien ambas clases de fallas están conectadas. Se comprobó que en la fase 2H existe solamente una clase de fallas no-basales, llamadas F_1 , mientras que en la fase 18R se encontraron dos clases distintas, llamadas F_o y F_x . En esta última fase se observaron fallas compuestas por diferentes segmentos de fallas F_o y F_x .

Se determinaron los vectores de Burgers de las dislocaciones parciales en los extremos de las fallas no-basales en ambas fases. Además se determinaron los vectores de Burgers de las dislocaciones ubicadas entre los segmentos de las fallas compuestas en la fase 18R. Se comprobó que existen dos tipos de dislocaciones cuyos vectores de Burgers difieren en un valor cercano a $\frac{1}{3}[100]$. Se encontró que la existencia de una dislocación de un tipo o del otro depende del arreglo particular que forma la falla basal que origina la dislocación con la falla no-basal.

Se estudió por HRTEM la estructura interna de las fallas no-basales en la fase 18R. Se observó que el desplazamiento de los planos cristalinos en las fallas ocurre en una zona de un espesor finito de alrededor de 1.5 nm. Se observó también que en esta zona los planos están rotados y pierden el corrugado característico que poseen en la estructura 18R. Como consecuencia de esto último, vectores que en la estructura perfecta no son de traslación sí lo son en el defecto, lo cual podría dar lugar a nuevos sistemas de deformación plástica.

Se comparó la rotación de los planos cristalinos en la región de las fallas no-basales en la fase 18R con la rotación que ocurre en la interfase entre las fases 18R y una fase intermedia entre 18R y β . Se encontró que el ángulo de rotación es el mismo en ambos casos. Asumiendo que en la fase 2H el espesor de la zona de falla es igual al hallado para la fase 18R, se obtuvo el valor del ángulo de rotación de los planos cristalinos en el interior de la falla; también en este caso el ángulo coincidió con el ángulo de rotación de los planos en la interfase macroscópica entre la fase 2H y la mezcla de las fases 18R y β .

Finalmente se propone un modelo que explica todos los resultados experimentales considerando que el vector desplazamiento de las fallas no-basales surge de tres contribuciones: una heredada del plano basal, otra que ajusta el volumen atómico y la última que relaja hacia una estructura diferente. Este modelo predice que la interfase entre la estructura intermedia presente en la zona de la falla y la martensita es coherente y móvil. Tal propiedad está de acuerdo con configuraciones de fallas observadas en el presente trabajo. Dicho modelo también predice la existencia de un solo camino de vuelta para la retransformación, lo cual está de acuerdo con la desaparición de estos defectos al retransformar a la fase matriz.

Abstract

In this work the planar faults in non-compact planes (non-basal faults) in the 2H and 18R martensitic phases in Cu-Zn-Al alloys are analyzed. The study was carried out using transmission electron microscopy (TEM) combining the two-beam condition technique, high resolution transmission electron microscopy (HRTEM) and computer simulated images.

The displacement vectors of the faults were determined. It was found that these vectors were different from those of the basal faults, even though the faults are connected. One single class of non-basal faults, named F_1 , was observed in the 2H phase, whereas two different classes were found in the 18R phase, named F_o and F_x . In the latter phase non-basal faults made up of different segments of F_o and F_x faults were observed (composed faults).

The Burgers vectors of the partial dislocations at the edges of the non-basal faults were determined in both phases. Additionally, the Burgers vectors of the intermediate dislocations found between the different segments of the composed faults in the 18R phase were determined. It was verified that there exist two types of dislocations with Burgers vectors that differ in approximately $\frac{1}{3}[100]$. It was found that the presence of a particular dislocation type depends on the arrangement between the non-basal fault and the basal fault that originates the dislocation.

The internal structure of the non-basal faults in the 18R phase was studied with HRTEM. It was observed that the shift of the crystal planes due to the presence of the faults occurs in a region of a finite extension of about 1.5 nm. It was also observed that in this region the crystal planes appear rotated and lose the characteristic corrugation they have in the 18R structure. As a consequence of this, new translation vectors appear in the defect; this fact could be reflected in new plastic deformation systems.

The rotation of the crystal planes in the non-basal faulted area of the 18R phase was compared with the rotation at the interphase between the 18R phase and an intermediate structure between the 18R and β phases. It was found that the angle of rotation was the same in both cases. Assuming that in the 2H phase the width of the faulted area is equal to the one found for the 18R phase, the value of the angular rotation for the crystal planes within the fault was obtained; in this case also the value matches with the rotation angle of the planes in the macroscopic interphase between the 2H phase and a mixture of 18R and β phases.

Finally, a model that describes very well the experimental findings is proposed. The model assumes that the displacement vectors of the non-basal faults arise from three contributions: one inherited from the basal plane, a second one that adjusts the atomic volume and a last one that relaxes towards a different structure. The model predicts that the interphase between the intermediate structure in the faulted area and the martensite is coherent and mobile. This fact agrees with fault configurations observed in this work. Also, the model predicts only one returning path for the retransformation. This is in good agreement with the fact that these defects disappear when retransforming to the matrix phase.

Lista de símbolos y abreviaturas

d_{ijk}	distancia entre planos (ijk)
d	distancia entre planos basales
\vec{g}	vector de difracción
Θ	ángulo de Bragg
ξ_g	distancia de extinción
s	desviación de la condición exacta de Bragg
$w = s \xi_g$	parámetro de desviación
A	coeficiente de absorción anómala
t	espesor de la muestra
z	profundidad dentro de la muestra
\vec{h}	dirección del haz (vector de la red real)
\vec{n}	normal a la muestra (vector de la red recíproca)
\aleph	ángulo entre \vec{h} y \vec{n}
A, B	ángulos del goniómetro del portamuestra
HRTEM	microscopía electrónica de alta resolución
\vec{R}	Campo de desplazamientos de un defecto
α	$\vec{g} \cdot \vec{R}$ (para un defecto planar)
NB	se refiere a las fallas no-basales
$\vec{\epsilon}$	relajación atómica en las fallas NB
\vec{b}	vector de Burgers de una dislocación
\vec{l}	línea de la dislocación
m	masa del electrón
e	carga del electrón
h	constante de Planck
λ	longitud de onda
n	número entero

Contenido

1	Introducción	5
1.1	Introducción general	5
1.2	Características generales de la transformación martensítica	7
1.2.1	Temperatura de transformación	10
1.2.2	Efectos mecánicos de la transformación termoelástica	11
1.3	Estructura de la martensita	11
1.4	Cristalografía de la transformación	17
1.5	Fallas de apilamiento en la martensita	20
2	Microscopía electrónica de transmisión	21
2.1	Teoría dinámica del contraste	21
2.1.1	Formulación de la teoría	21
2.1.2	Vector desplazamiento producido por una falla	25
2.1.3	Campo de desplazamientos producido por una dislocación	27
2.1.4	Solución a la teoría dinámica en cristales perfectos	29
2.1.5	Teoría cinemática de difracción	35
2.1.6	Funcionamiento de los programas de simulación	35
2.1.7	Interpretación de las imágenes de las fallas de apilamiento	38
2.1.8	Método de observación	45
2.2	Microscopía electrónica de alta resolución	48
3	Cristalografía de las fallas	57
3.1	Fallas de apilamiento de plano basal	57
3.2	Análisis cristalográfico de las fallas NB	62
3.3	Vector desplazamiento de las fallas NB	67
4	Método experimental	69
4.1	Aleaciones empleadas	69
4.2	Fabricación de los monocristales	70
4.3	Preparación de muestras para TEM	70
4.3.1	Orientación por Rayos-X	70

4.3.2	Cortes del material y pulido mecánico	71
4.3.3	Pulido electroquímico de las muestras	71
4.4	Constantes elásticas del material	74
5	Análisis de las fallas NB en 2H	75
5.1	Vector desplazamiento	75
5.2	Dislocaciones parciales asociadas a las fallas NB	84
6	Análisis del vector desplazamiento de las fallas NB en 18R	87
6.1	Configuraciones de fallas	87
6.2	Ejes de zona elegidos	88
6.3	Contraste producido por las fallas basales	91
6.4	Plano de falla NB	93
6.5	Relajación en los defectos	99
6.6	Análisis del contraste de las fallas NB	101
6.7	Determinación de los vectores de falla F_A y F_B	108
6.7.1	Red de soluciones para F_A y F_B	110
6.7.2	Determinación de los vectores de falla en función del parámetro α	118
6.8	Ajuste de los valores de α	119
7	Relajación atómica en las fallas NB en 18R	127
7.1	Determinación de la relajación para F_o y F_x	127
7.2	Análisis de las dislocaciones en los extremos de las fallas NB	131
7.3	Análisis de las dislocaciones a lo largo de las fallas NB	140
7.4	Observaciones del contraste producido por las dislocaciones asociadas a las fallas NB	140
7.5	Análisis de las fallas NB y sus dislocaciones con otros vectores de difracción	160
7.5.1	Análisis con $g = \bar{3}218$	161
7.5.2	Análisis con $g = 040$	164
7.6	Resumen	166
8	HRTEM de las fallas NB en 18R	171
8.1	Análisis del vector desplazamiento para las fallas NB	171
8.1.1	Transformada de Fourier de las imágenes	176
8.2	Análisis de las dislocaciones parciales	180
8.3	Análisis de las configuraciones de fallas	186
9	Discusión de los resultados	201
9.1	Resumen de los resultados	201
9.2	Volumen atómico en las fallas NB	204

9.2.1	Fase 18R	204
9.2.2	Fase 2H	205
9.3	Plano de las fallas NB	205
9.3.1	Fase 18R	206
9.3.2	Fase 2H	206
9.4	Vector desplazamiento de las fallas NB	207
9.4.1	Fase 18R	207
9.4.2	Fase 2H	211
9.5	Modelo para la relajación	215
9.5.1	Modelo de Ahlers para la transformación martensítica . . .	215
9.5.2	Fase 18R	217
9.5.3	Fase 2H	221
9.6	Conclusiones	223
Bibliografía		225
Trabajos publicados		229

Capítulo 1

Introducción

1.1 Introducción general

En este trabajo presentamos un estudio detallado, a nivel atómico, de defectos que ocurren frecuentemente en aleaciones que transforman martensíticamente a una estructura compacta. Estos defectos aparecen con la transformación y desaparecen con la retransformación. Debido a la relación estrecha entre estos defectos y la transformación martensítica, su estudio es necesario para una mejor comprensión del mecanismo de transformación.

Hemos utilizado aleaciones de Cu-Zn-Al y analizado los defectos presentes en dos fases diferentes: la **fase 2H** de estructura ortorrómbica y la **fase 18R** de estructura monoclinica.

Los defectos en cuestión poseen características similares a los **defectos planares**: el cristal a ambos lados del defecto es idéntico en orientación y estructura, pero se encuentra desplazado por un vector constante \vec{R} . El caso más simple de defecto planar corresponde a las **fallas de apilamiento**. Estas ocurren en los planos compactos de la estructura denominados **planos basales**. Las fallas de apilamiento han sido analizadas en las fases 2H y 18R en varias aleaciones y por diferentes métodos. Su principal característica es que pertenecen al grupo de las *fallas secuenciales*, es decir que para formarlas o eliminarlas no basta el deslizamiento de un plano sobre otro sino que es necesario producir una secuencia de desplazamientos. Esta característica implica que las fallas sólo pueden producirse durante la transformación martensítica y no como deformación plástica de la martensita posterior a la transformación. Otro caso de defecto planar corresponde a las que denominaremos **fallas no-basales (NB)** y que analizaremos en este trabajo. Las fallas NB se encuentran en planos de la estructura que no son compactos y se conectan con las fallas de apilamiento de plano basal formando estructuras tipo dominios.

Hasta el momento no se había realizado un estudio detallado y sistemático de

las características de las fallas NB. Para estudiarlas hemos utilizado la técnica de microscopía electrónica de transmisión (TEM) y de alta resolución (HRTEM). Comparando las imágenes de los defectos por TEM con simulaciones computacionales, hemos determinado los vectores característicos de los mismos.

Las fallas NB están involucradas en diferentes procesos: se cree que afectan las propiedades mecánicas por interacción con las dislocaciones en procesos de deformación plástica [1], también se las menciona en relación al efecto goma [2], y además se considera que pueden actuar como sumideros de vacancias [3].

A continuación detallamos la organización del trabajo. En lo que resta de este capítulo presentamos los elementos básicos que nos permitirán entender la cristalografía de las fallas y los factores que influyen en el proceso de formación de las mismas. En el segundo capítulo hemos hecho un resumen de la teoría de formación de imágenes en microscopía electrónica de transmisión. En ese capítulo se adquiere además una comprensión de los parámetros característicos involucrados con las imágenes. En el tercer capítulo hacemos un estudio cristalográfico de las fallas. Debido a que las fallas NB se encuentran conectadas con las fallas de apilamiento de plano basal surgen ciertas relaciones entre ambas. El conocimiento de estas relaciones nos permite luego interpretar los resultados observados. En el cuarto capítulo presentamos una breve reseña de la técnica experimental para luego pasar de lleno a los resultados en los capítulos siguientes. En el quinto capítulo mostramos los resultados en la fase 2H. Es en base a los resultados en esta fase 2H de estructura más simple, que luego podemos simplificar el problema en la fase 18R, obteniendo los resultados que presentamos en los capítulos sexto y séptimo. En el octavo capítulo presentamos las observaciones de las fallas NB en 18R por la técnica de HRTEM que se comparan con los resultados de los dos capítulos anteriores. En el noveno y último capítulo verificamos la consistencia de los valores hallados, interpretamos los resultados en base a las características de la transformación martensítica y presentamos un modelo que los explica.

Para presentar el trabajo ordenadamente hemos separado los resultados en la fase 2H y 18R en diferentes capítulos. Sin embargo, la secuencia cronológica fue diferente ya que cada descubrimiento en una fase servía para interpretar los resultados obtenidos en la otra. Así fue que el análisis de las fallas NB en la fase 2H (Sección 5.1) sirvió para analizar a las fallas NB en 18R (Capítulo 6). Pero luego, ciertas observaciones en 18R (Capítulo 7) hicieron rever a la fase 2H (Sección 5.2). Es por esto que la Sección 5.2 es bastante resumida y para un análisis más detallado conviene remitirse al Capítulo 7.

1.2 Características generales de la transformación martensítica

La transformación martensítica ocurre en el estado sólido. Durante el proceso el material pasa de la fase austenita (matriz) a la fase martensita. Esta transformación ocurre sin difusión y los átomos se mueven menos de una distancia interatómica, produciendo un cambio de forma. Por esta característica, la transformación puede ocurrir hasta muy bajas temperaturas. La martensita hereda además del orden atómico, los defectos de la fase matriz como consecuencia del movimiento coordinado de los átomos. Esto no indica que los desplazamientos ocurran simultáneamente sino que la transformación se propaga, gracias a una interfase altamente móvil.

La transformación martensítica es *atérmica* (no isotérmica), es decir, la proporción de martensita depende de la temperatura y no del tiempo. Comienza a la temperatura M_s y termina en M_f ($M_s > M_f$) y al retransformar comienza en la temperatura A_s y termina en A_f ($A_s < A_f$).

Para lograr una interfase móvil ésta debe ser coherente o semi-coherente. Para ello debe existir un plano *invariante* (aquel que no se distorsiona ni se rota al pasar de una fase a la otra). Al plano que cumple estas condiciones se lo denomina **plano de hábito**. A veces, para satisfacer esta condición, deben producirse inhomogeneidades a escala muy fina en la martensita.

Para minimizar la energía elástica durante la transformación, la martensita adopta una morfología de placas. En martensitas inducidas por temperatura, existe además otro mecanismo para reducir la deformación debida al cambio de forma. Este mecanismo está relacionado con las diferentes orientaciones cristalográficamente equivalentes en la matriz a partir de las cuales se puede formar la martensita. Las placas con diferentes orientaciones reciben el nombre de **variantes**, y éstas forman grupos de autoacomodo que anulan el cambio de forma macroscópico.

La transformación martensítica puede ser inducida por tensiones externas. Si la temperatura está muy poco por encima de M_s , una pequeña tensión mecánica (mucho menor que la de fluencia para la deformación plástica) puede producir deformaciones considerables. En martensitas inducidas por tensión mecánica se favorece a aquellas variantes con el máximo factor de Schmid.

Se dice que la transformación martensítica es *termoelástica* cuando al enfriar avanza por el crecimiento y la aparición de nuevas placas, y al calentar retrocede por la desaparición de algunas placas y el encogimiento de otras. La interfase se mantiene móvil avanzando a medida que la transformación progresa y retrocediendo al recalentar. Como la deformación origina tensiones que deforman elásticamente a la matriz, la energía elástica acumulada actuará en favor de la retransformación. Por esto se la califica como termoelástica. Estas transforma-

ciones poseen baja histéresis e involucran cambios de volumen muy pequeños. Son típicas de aleaciones como las fases de Hume-Rothery de **concentración electrónica por átomo $e/a \sim 1.5$** en aleaciones en base a metales nobles: Cu, Ag, Au, y en aleaciones de Ni-Ti, Ni-Al, Fe-Pt, etc.

La figura 1.1 muestra el diagrama de fases de la aleación Cu-Zn-Al en la zona rica en Cu [4]. Hume-Rothery determinó que el límite de solubilidad de Al y Zn en Cu se ubica a concentración electrónica constante. A altas temperaturas la fase β (austenita) va desde Cu_3Al a CuZn y es bcc. La estabilidad de β decrece al bajar la temperatura y se centra alrededor de la concentración electrónica 1.48 (Cu aporta un electrón, Zn aporta dos y Al tres). A temperaturas intermedias la fase β se ordena tipo CsCl (orden B2). A temperaturas más bajas, para composiciones con menor porcentaje de Zn, la aleación adquiere el orden L2_1 (en el caso de Cu_3Al , al no haber Zn, el orden es tipo Fe_3Si (orden DO_3)) [5].

Cuando se enfría suficientemente rápido, evitando la formación de otras fases, la fase β queda retenida a bajas temperaturas. El ordenamiento atómico B2 no puede evitarse por más que se temple a altas velocidades. Al enfriar por debajo de M_s transforma martensíticamente a estructuras compactas: 2H, 3R, 9R. Formalmente estas estructuras corresponden a una estructura fcc con fallas de apilamiento periódicas cada dos o tres planos para las fases 2H y 9R, respectivamente; y sin fallas para el caso de 3R. Este orden es heredado por la martensita debido a que la transformación no lo afecta. El orden L2_1 produce una superestructura que duplica las celdas de 3R a 6R y de 9R a 18R; pero no afecta al tamaño de la celda de 2H.

Las aleaciones con concentración electrónica 1.48 se encuentran cerca de la composición eutectoide en el sistema ternario y son estables hasta temperaturas bastante bajas. Debido a ello, enfriando a velocidades intermedias ($10^\circ\text{C}/\text{min}$ o al aire) no se descomponen como indica el diagrama de fases de equilibrio.

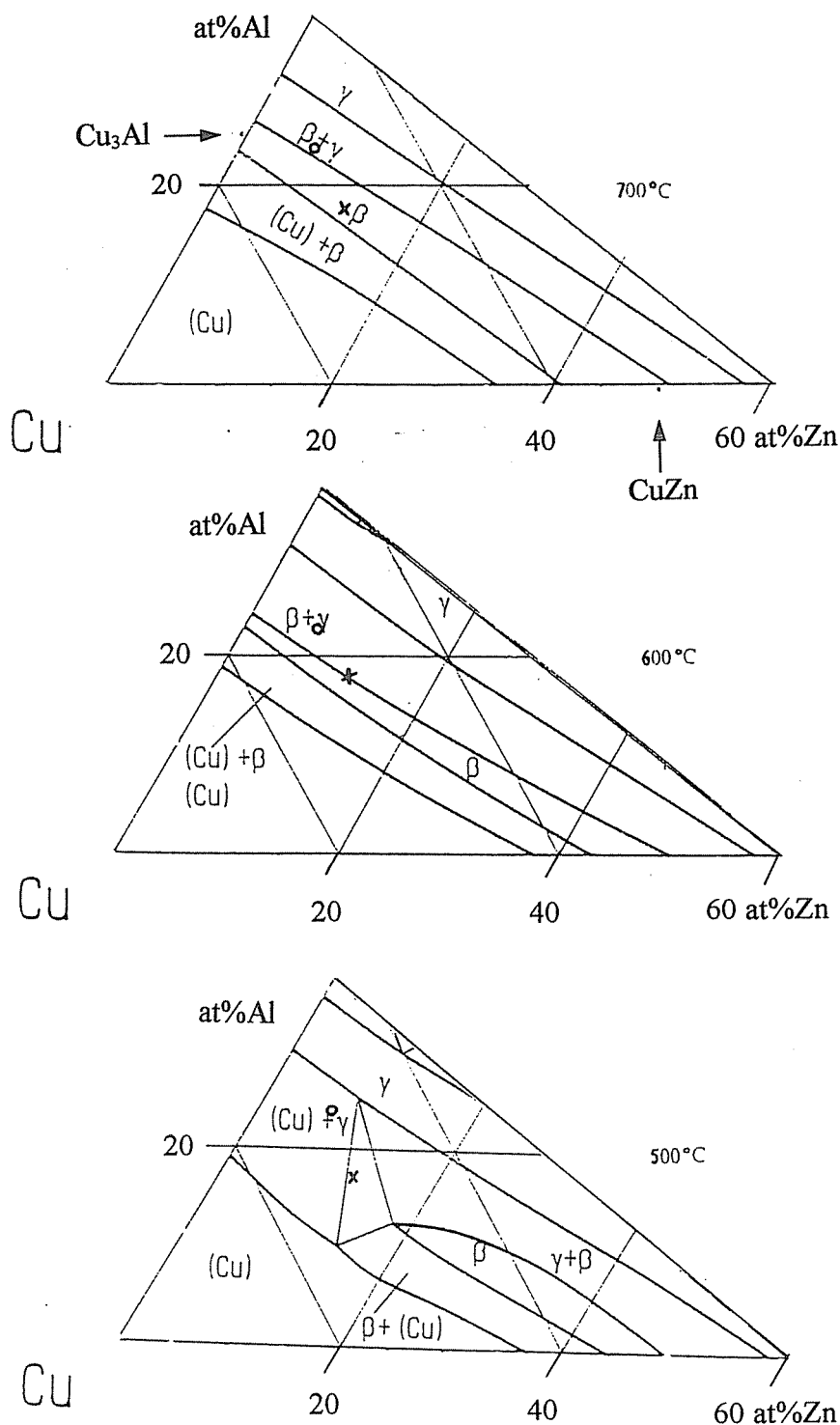
Si la concentración electrónica de la aleación es 1.48, la transformación martensítica espontánea da origen a las fases 9R ó 18R. Si la concentración electrónica es mayor ($e/a \sim 1.53$) se origina la fase 2H y si es menor ($e/a \sim 1.40$) se originan 3R ó 6R. Estas concentraciones corresponden a los extremos de la zona en que β es estable a altas temperaturas.

También pueden inducirse las mismas fases por tensión mecánica a partir de una temperatura mayor que M_s . Para el caso $e/a \sim 1.53$ si la temperatura es $M_s < T < M_s + 20\text{K}$ se obtiene 2H, pero si $T > M_s + 20\text{K}$ se obtiene 18R [6]. Por otro lado, también pueden inducirse las fases 2H y 6R aplicando tensión mecánica a la 18R.

La transformación $\beta \leftrightarrow 18\text{R}$ presenta muy poca histéresis (2-10K) tanto inducida espontáneamente como mecánicamente. En cambio, la histéresis para la transformación $\beta \leftrightarrow 2\text{H}$ es considerablemente mayor ($\sim 30\text{K}$) [7].

La condición de plano de hábito invariante permite explicar la microestruc-

Figura 1.1: Diagrama de fases ternario de la aleación CuZnAl para diferentes temperaturas. La fase β es estable hasta bajas temperaturas en una franja que corresponde a una concentración electrónica 1.48. Las fases martensíticas son metaestables y se obtienen enfriando desde la fase β retenida a bajas temperaturas. El círculo y la cruz indican las composiciones de las aleaciones de 2H y 18R en este trabajo.



tura de la martensita. El plano de hábito entre la fase 18R y la fase β se genera produciendo una alta densidad de fallas de apilamiento en la 18R (ya sea polivariante inducida espontáneamente o monovariante inducida mecánicamente). En cambio el plano de hábito entre la fase 2H espontánea y la fase β se genera por maclado de la 2H. En el caso en que la fase 2H sea inducida mecánicamente, según la dirección del eje tensil, puede ocurrir que el proceso de maclado sea desfavorable [8]. En ese caso, se genera primero una mezcla de β y 18R, y luego una sola variante de 2H [7].

1.2.1 Temperatura de transformación

Como hemos visto, la concentración electrónica determina la estabilidad de las fases de equilibrio. En cambio, la temperatura M_s no está directamente relacionada con la concentración electrónica sino con la **distorsión tetragonal** de la estructura básica fcc de la martensita [9]. Debido a esta distorsión la estructura básica pasa de fcc a fct y una medida de ello es el cociente $\psi = c_f/a_f$ donde c_f y a_f son los parámetros de red de la nueva estructura tetragonal. Mientras la fase 6R es prácticamente cúbica ($\psi \sim 1$), las fases 18R y 2H presentan un valor de ψ que depende fuertemente de la composición y además del grado de orden de largo alcance en cada fase [10] [11].

El grado de orden inicial en la martensita es el heredado de la fase β , pero si se permiten procesos difusivos, se producen rearrreglos atómicos que minimizan la energía libre de la martensita respecto a β [12]. Debido a este fenómeno, la temperatura A_s aumenta; es decir, la martensita se estabiliza. Durante el proceso de estabilización la fase se mantiene homogénea. La descomposición en las fases de equilibrio se da a temperaturas mayores a 200°C. El grado de estabilización depende de la temperatura a partir de la cual se temple la aleación (es decir, del grado de orden que hereda la martensita de la fase β [13]) y de la temperatura y tiempo de envejecido.

La estabilización de una fase martensítica produce un aumento de M_s (que está directamente relacionada con A_s a partir del valor de la histéresis de la transformación), es decir que se modifica el valor de la distorsión tetragonal ψ y por ende cambian los parámetros de red. La estabilización ocurre en la fase 18R y en la 2H monovariante. La distorsión tetragonal disminuye (fct \rightarrow fcc) a medida que la muestra se estabiliza. Si la fase 2H está maclada, la estabilización de una variante produce cambios en los parámetros de red que deforman a la otra variante desestabilizándola. Debido a esto ninguna o muy poca estabilización ocurre en la 2H maclada.

1.2.2 Efectos mecánicos de la transformación termoelástica

Los efectos mecánicos específicos de la transformación termoelástica son [14]:

- a) *Efecto memoria*: Si la martensita se deforma, puede recuperar la forma original al retransformarse por temperatura. Las deformaciones (6-10%) se recuperan totalmente. Un monocristal de austenita puede transformar a 24 variantes de martensita en grupos de autoacomodo que no cambian macroscópicamente la forma. Cuando la martensita se deforma unas variantes crecen a expensas de otras pero al calentar transforma a una sola orientación de la austenita. Esto se debe a las simetrías de ambas redes y a la necesidad de conservar el orden.
- b) *Efecto doble memoria*: La aleación debe ser “entrenada” para deformarse espontáneamente al enfriar de Ms a Mf y volver a la forma original al calentar de As a Af. El entrenamiento consiste en ciclados térmicos con una tensión externa aplicada que favorezca una variante, o en ciclados mecánicos a $T > M_s$.
- c) *Pseudoelasticidad*: Se obtienen deformaciones superiores al límite elástico que se recuperan al descargar a temperatura constante. Un caso es la *superelasticidad*: se induce martensita por tensión y se recupera al descargar. Se obtiene un rango amplio de deformación a tensión constante la cual depende de la diferencia ($T - M_s$). El otro caso es el *efecto goma*: involucra deformación entre variantes de martensita; la deformación se recupera al descargar. Este efecto se da, en general, en aleaciones que fueron envejecidas en la fase martensítica. *Transformación entre fases martensíticas*: la fase 9R transforma a 3R cuando en el ciclo superelástico la deformación supera un valor cercano al 9%. La retransformación ocurre en sentido inverso y la deformación se recupera completamente. La transformación también puede inducirse por tensión mecánica aplicada directamente sobre la fase 9R.

1.3 Estructura de la martensita

La martensita se caracteriza por una estructura compacta que describiremos por el apilamiento de planos compactos A, B y C. Los planos en sí son idénticos, la notación surge según la posición relativa entre ellos. A partir de un sistema de referencia ortonormal X, Y, Z , como se muestra en la figura 1.2, los ejes del cristal en el plano basal son $[100] = (a, 0, 0)$ y $[010] = (0, b, 0)$ donde a y b son los parámetros de red de la martensita. Respecto a los planos A, los planos B están

desplazados $\frac{1}{3}a$ en la dirección positiva de X y los C están desplazados $\frac{2}{3}a$ en la misma dirección. Las secuencias en cada fase pueden formarse apilando ciertas estructuras básicas:

$$\begin{aligned} 2H &\rightarrow AB \\ 3R &\rightarrow ABC \\ 9R &\rightarrow ABCBCACAB \end{aligned}$$

Debido a que se trata de una aleación, cada sitio de la estructura puede ser ocupado por diferentes átomos con distinta probabilidad. La distribución de los elementos en cada sitio está dada por el orden heredado de la fase β . Si se hereda el orden $L2_1$ (para concentraciones de Zn menores del 30% y e/a entre 1.40 y 1.53 [5]) los planos compactos o *basales* resultan como se muestra en la figura 1.2. El mayor grado de orden $L2_1$ se da en muestras enfriadas lentamente (si se temple el orden aparece pero en menor grado) [13]. En los sitios I y II hay Cu, los sitios III se encuentran ocupados por el resto del Cu y por Zn, y los sitios IV tienen el Zn restante y todo el Al. Si P_i^j es la probabilidad de encontrar al elemento i en el sitio j resulta:

$$\begin{aligned} P_{Cu}^I &= P_{Cu}^{II} = 1, \\ P_{Al}^{III} &= P_{Cu}^{IV} = 0, \\ P_{Al}^{IV} &= 4C_{Al}, \end{aligned} \tag{1.1}$$

donde C_{Al} es la concentración atómica de aluminio en la aleación. El factor 4 surge porque entre los cuatro sitios disponibles, el Al va a uno solo.

Por la distorsión tetragonal de la celda básica de la martensita los planos compactos dejan de presentar un arreglo hexagonal regular. Los parámetros de red a y b de la martensita se desvían de la relación ideal y los desplazamientos entre planos adyacentes difieren levemente del valor $\frac{1}{3}a$ ó $\frac{2}{3}a$, como veremos a continuación.

La figura 1.3(a) muestra la celda fct básica a partir de la cual se obtienen las estructuras 2H y 18R por introducción de fallas de apilamiento periódicas en el plano (111). A partir de la distorsión tetragonal $\psi = c_f / a_f$ se obtienen geométricamente los parámetros de red de la martensita, tanto 2H como 18R (fig. 1.3(b)):

$$\begin{aligned} a &= a_f \sqrt{1 + 2\psi^2} / \sqrt{2}, \\ b &= a_f \sqrt{2}, \\ d &= a_f \psi / \sqrt{1 + 2\psi^2}, \end{aligned} \tag{1.2}$$

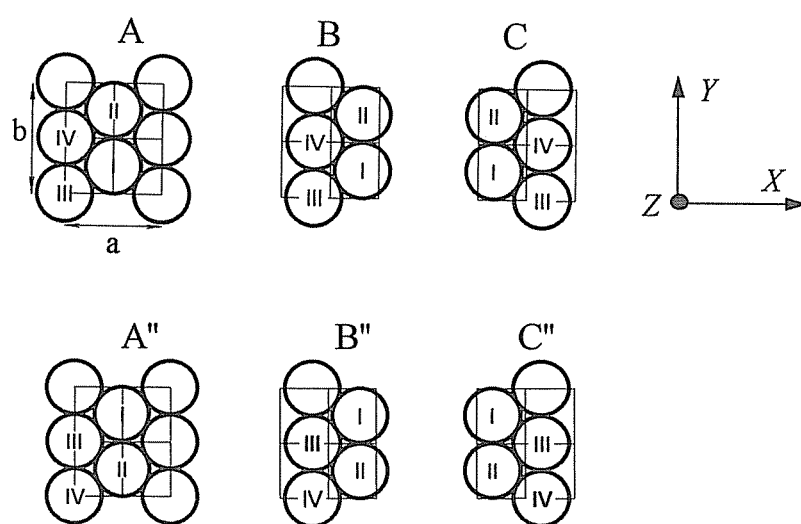


Figura 1.2: Planos compactos o basales con diferentes configuraciones atómicas. Los planos primados corresponden a los sin primar desplazados un vector $(0, (1/2)b, 0)$. Cada sitio puede ser ocupado por diferentes elementos de acuerdo a la probabilidad de ocupación indicada en las ecuaciones 1.1 del texto.

donde d es la distancia entre planos basales (fig. 1.3(c)). Se verifica que las relaciones 1.2 se cumplen experimentalmente aunque la simetría de la estructura fct sea diferente a las simetrías de 2H y 18R. Los planos basales están desplazados un valor qa en dirección positiva de X (fig. 1.3(c)):

$$q = \frac{1}{1 + 2\psi^2} \quad (1.3)$$

Si $\psi = 1$ se obtiene q ideal que vale $\frac{1}{3}$. A la desviación de los planos basales de la posición ideal le asignamos un vector $\rho[100]$ donde $\rho = (q - 1/3)$. Reemplazando q por su valor en 1.3 obtenemos:

$$\rho = \frac{1}{1 + 2\psi^2} - \frac{1}{3}. \quad (1.4)$$

La secuencia de planos en la estructura fct es AB"CA"BC"AB"C... Introduciendo una falla intrínseca cada dos planos se transforma en AB"AB"... La nueva secuencia da origen a la estructura 2H, como se grafica en la figura 1.4(a). Por las características del apilamiento, a esta fase también se la denomina hexagonal. En esta figura se observa que:

$$c_{2H} = 2d.$$

donde c_{2H} es el tercer parámetro de red de la estructura ortorrómbica 2H: $[001]_{2H} = (0, 0, c_{2H})$.

Introduciendo una falla intrínseca cada tres planos en la fct ordenada, la secuencia se transforma en AB"CB"CA"CA"BA"BC"BC"AC"AB"... Esta secuencia da origen a la estructura 18R, como se grafica en la figura 1.4(b). A partir de esta figura se obtiene:

$$\begin{aligned} \tan(\beta) &= \frac{18d}{6\rho a}, \\ c_{18R} &= \frac{18d}{\sin(\beta)}. \end{aligned} \quad (1.5)$$

donde c_{18R} es el tercer parámetro de red de la estructura monoclinica 18R y β es el ángulo entre $[100]$ y $[001]_{18R}$; es decir, $[001]_{18R} = (c_{18R} \cos \beta, 0, c_{18R} \sin \beta)$.

Los valores de los parámetros de red de martensita 18R medidos en [15] son:

$$\begin{aligned} a_{18R} &= 0.4405 \text{ nm}, \\ b_{18R} &= 0.5356 \text{ nm}, \\ c_{18R} &= 3.826 \text{ nm}, \\ \beta &= 88.4^\circ. \end{aligned} \quad (1.6)$$

Figura 1.3: a) Celda tetragonal fct a partir de la cual se obtienen las estructuras compactas 2H y 18R. El color indica diferentes clases de sitios: gris oscuro corresponde a sitios I y II, gris claro a III y blanco a IV. La distorsión tetragonal está dada por $\psi = c_f/a_f$. b) Plano (111) de fct que corresponde al plano basal de 2H ó 18R. c) Ubicación relativa de los planos basales que en esta figura están vistos de canto. Sin distorsión tetragonal $q = 1/3$.

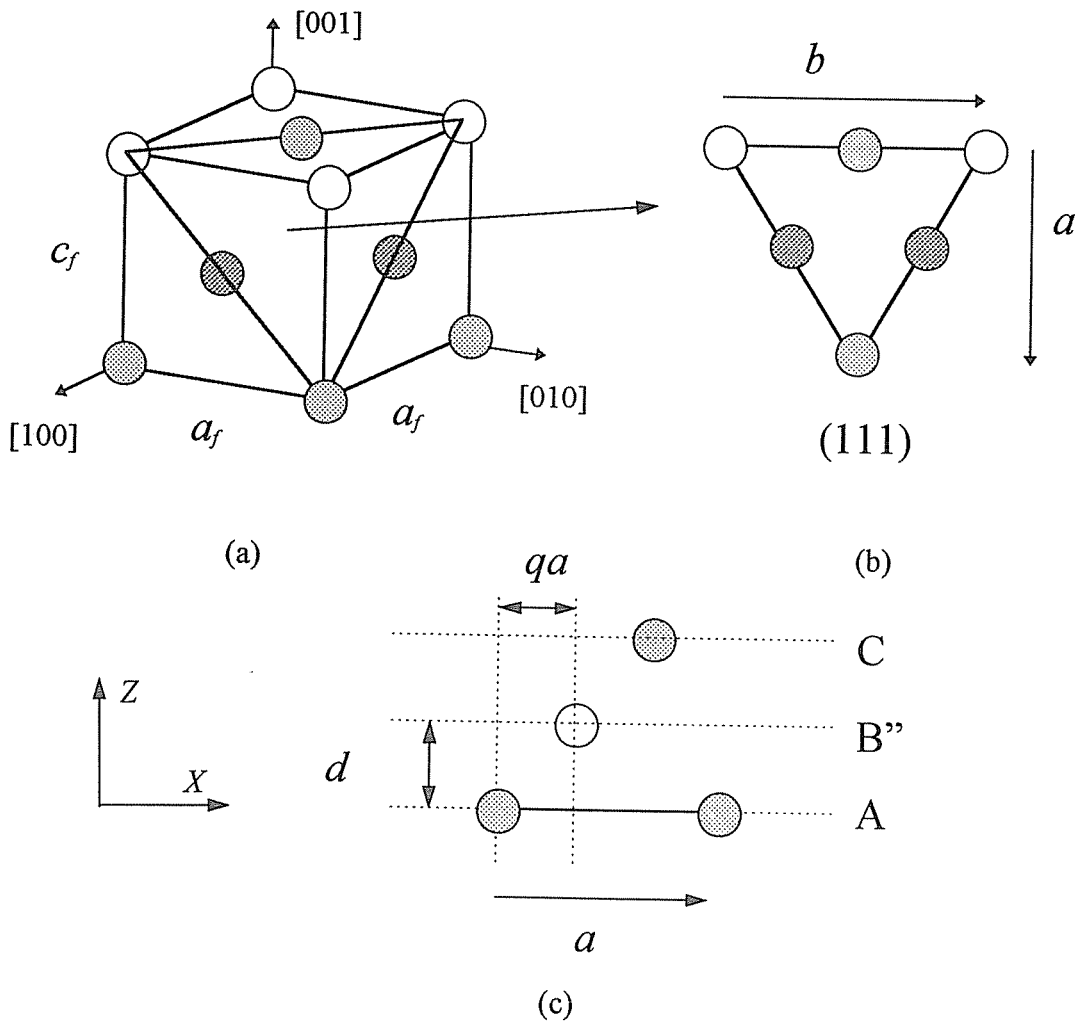
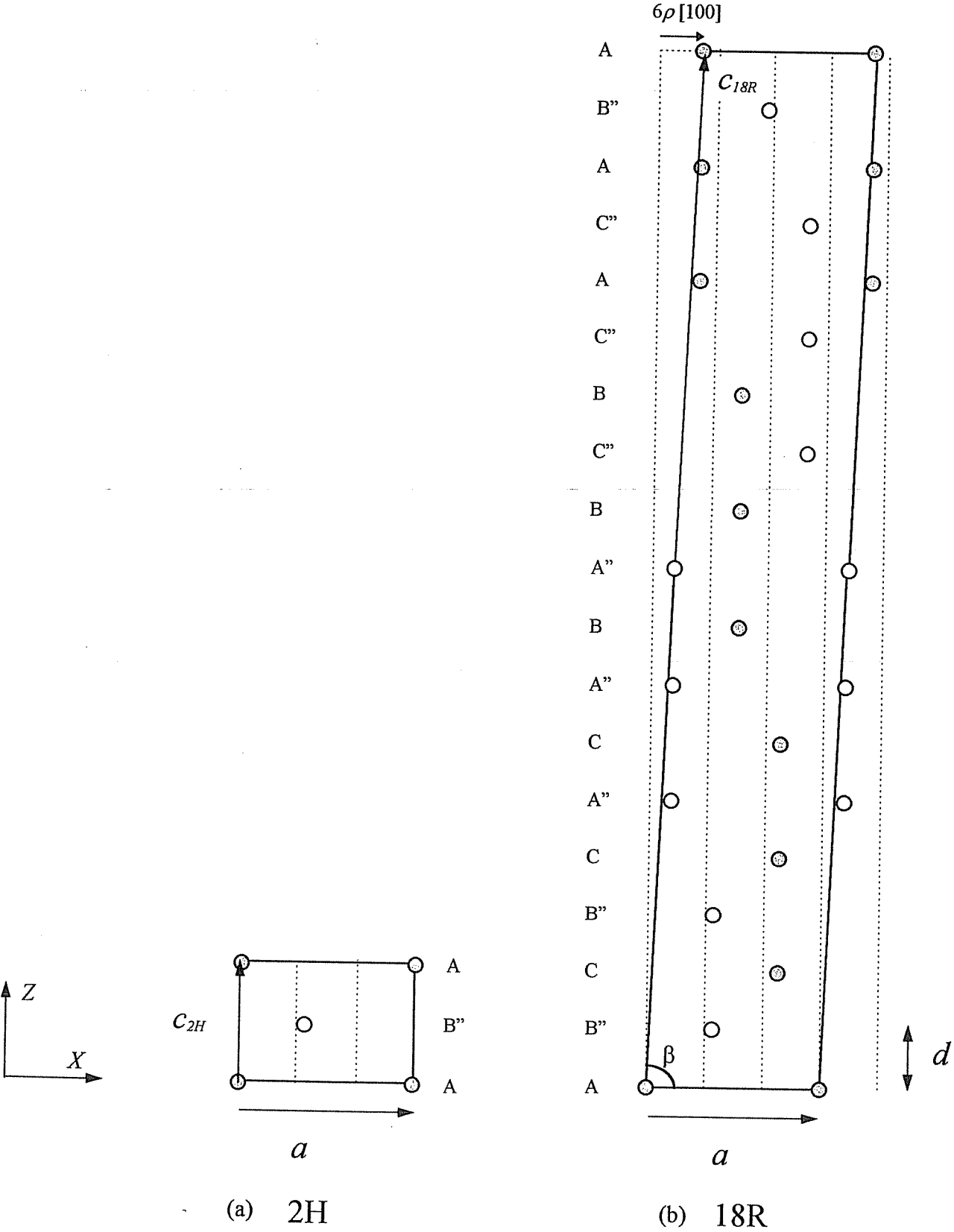


Figura 1.4: Apilamientos que dan origen a las celdas a) 2H y b) 18R.



A partir de estos valores, y de las expresiones 1.2 se puede calcular el valor de ψ :

$$\psi = \sqrt{\frac{1}{2}[(\frac{2a}{b})^2 - 1]},$$

de donde resulta $\psi \sim 0.9235$ y $a_f = 0.3787$. En martensitas 18R estabilizadas $\psi \sim 0.95$. Como no conocemos el valor de ψ consideraremos el rango entre 0.92 y 0.97. El valor promedio de ρ es $\rho = 0.026 \pm 0.012$ (ec. 1.4).

La distancia interplanar d (ec. 1.2) resulta:

$$d = 0.213 \text{ nm.} \quad (1.7)$$

Los valores de los parámetros de red de martensita 2H medidos en [16] son:

$$\begin{aligned} a_{2H} &= 0.438 \text{ nm,} \\ b_{2H} &= 0.537 \text{ nm,} \\ c_{2H} &= 0.429 \text{ nm,} \end{aligned} \quad (1.8)$$

de donde obtenemos $\psi \sim 0.911$, $\rho = 0.043$ y la misma distancia interplanar d que en la fase 18R (ec. 1.7).

En la figura 1.5 se muestra un plano basal en el cual se indican las principales direcciones cristalográficas. Los ángulos entre algunas direcciones principales son:

$$\text{entre } [100] \text{ y } [210] \Rightarrow 31.3^\circ, \quad (1.9)$$

$$\text{entre } [210] \text{ y } [230] \Rightarrow 30.0^\circ, \quad (1.10)$$

$$\text{entre } [230] \text{ y } [010] \Rightarrow 28.7^\circ. \quad (1.11)$$

Estos valores fueron calculados para el valor de $\psi = 0.9235$ de la fase 18R, pero para $\psi = 0.911$ en la fase 2H los ángulos son muy parecidos (difieren en $\pm 0.3^\circ$).

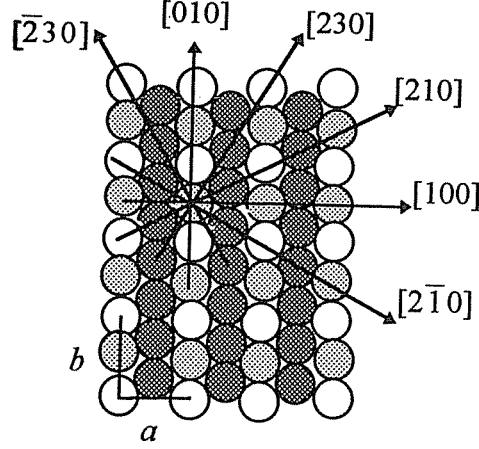
Para introducir las fallas de apilamiento en la estructura tetragonal por ejemplo entre un plano A y uno B'' hay que transformar al plano B'' en C''. Como el plano C'' no está ubicado en $(2/3)a_{18R}$ sino en $(2/3 - \rho)a_{18R}$, al plano B'' hay que desplazarlo un vector:

$$\vec{b}_{1/3} = (\frac{1}{3} - 2\rho)[100]. \quad (1.12)$$

1.4 Cristalografía de la transformación

El cambio de estructura se formaliza a través de la teoría fenomenológica desarrollada por Bowles y Mackenzie, y por Wechsler, Lieberman y Read. La cristalografía de la transformación de bcc a 9R puede obtenerse de [17].

Figura 1.5: Plano basal sobre el cual se indican las direcciones principales. El color indica la clase de sitio como en la figura 1.3.



La figura 1.6 muestra una proyección estereográfica de la relación de orientaciones entre una variante de martensita 18R y la fase β , en aleaciones de Cu-Zn-Al. Los ejes $[100]$ $[010]$ y $[001]_{18R}$ de esta variante se generaron a partir de los ejes $[01\bar{1}]_\beta$, $[200]_\beta$ y $9[0\bar{1}\bar{1}]_\beta$. El plano basal $(00\bar{1}8)$ no es paralelo al plano $(011)_\beta$, pero uno se transforma en el otro durante la transformación rotando 4° .

Según [18] los polos y direcciones que coinciden son:

$$(110)_\beta // (12\bar{8}), \quad (1.13)$$

$$[\bar{1}1\bar{1}]_\beta // [2\bar{1}0]. \quad (1.14)$$

El plano $(110)_\beta$ no rota durante la transformación y pasa a ser el $(12\bar{8})$. Lo mismo ocurre con la dirección $[\bar{1}1\bar{1}]_\beta$ que no se altera y pasa a ser la $[2\bar{1}0]$.

Andrade [19] hace un ajuste más fino y encuentra que los polos en la ecuación 1.13 son los que menos rotan en la transformación ($10'$). Para la relación 1.14 encuentra que los polos $[\bar{1}1\bar{1}]_\beta$ y $[2\bar{1}0]$ están a $45'$. La dirección menos afectada resulta:

$$[\bar{1}10]_\beta // [10\bar{9}\bar{1}], \quad (1.15)$$

que rota $10'$. El sistema $(110)[\bar{1}10]_\beta$ permanece prácticamente sin rotar en las cuatro variantes de un grupo de autoacomodo.

Las coordenadas del plano de hábito son [19] [20]:

$$H = (0.670, 0.726, -0.156)_\beta \sim (11, 12, -2)_\beta$$

y las del plano basal:

$$B = (-0.051, 0.672, 0.739)_\beta.$$

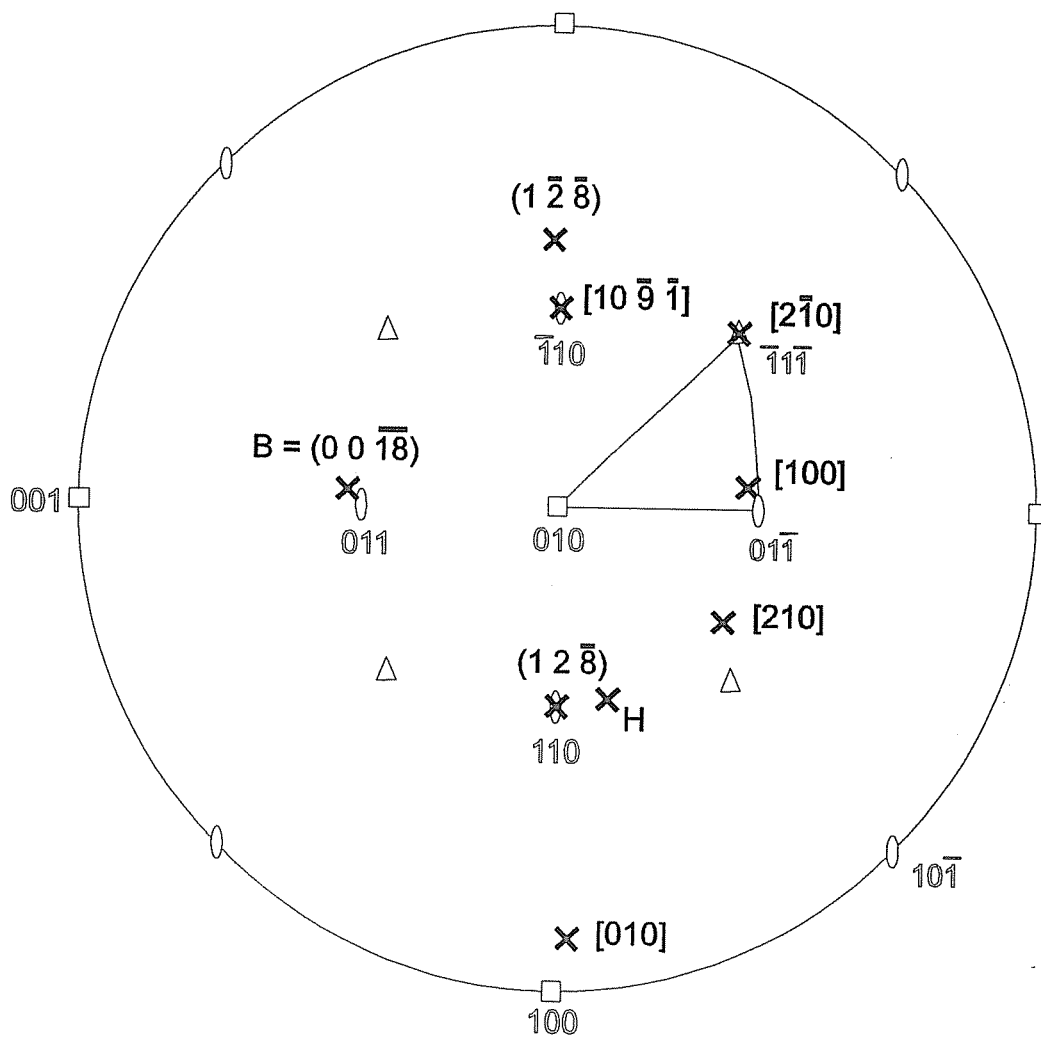


Figura 1.6: Relación de orientaciones entre los polos de la martensita 18R (cruces) y de la fase β . Los números huecos corresponden a la fase β y los llenos a la martensita.

La variante de la figura 1.6 se genera aplicando tensión mecánica en tracción en cualquier dirección contenida en el triángulo indicado.

1.5 Fallas de apilamiento en la martensita

En la martensita 18R se genera una alta densidad de fallas de apilamiento de plano basal para ajustar la interfase con la fase β a un plano de hábito invariante. En cambio, en la fase 2H se considera que las fallas de apilamiento se producen por error al apilarse los planos durante la transformación martensítica. Debido a esta característica, la densidad de fallas basales en la fase 18R es mucho mayor que en 2H.

Las fallas de apilamiento en 18R fueron analizadas en Cu-Al [22] y Cu-Zn [23] estudiando el corrimiento y perfil de los picos del diagrama de difracción, y en Cu-Zn-Al por el criterio de invisibilidad [24] y por HRTEM [25] [26]. La mayoría de las fallas de apilamiento de plano basal en la martensita 18R son de tipo cúbicas y hexagonales (ver Capítulo 3). Para ajustar el plano de hábito, el efecto de las fallas hexagonales es opuesto al de las cúbicas. Si consideramos la estructura fct básica a partir de la cual se obtiene la martensita introduciendo fallas intrínsecas periódicas, resulta que la densidad de fallas para obtener la estructura 18R perfecta es $1/3$ ⁽¹⁾. En Cu-Al y Cu-Zn-Al la densidad de fallas es mayor que $1/3$, lo cual da origen a fallas de apilamiento hexagonales en 18R. En cambio en Cu-Zn, es menor que $1/3$ y predominan las cúbicas.

Las fallas de apilamiento de plano basal en la estructura 2H han sido estudiadas en Cu-Al [27] por alta resolución, y en Cu-Zn-Al [16] [28] por TEM convencional comparando el contraste de las fallas observadas en condición de dos haces con imágenes simuladas. Se encontró que estas fallas también son de tipo secuenciales.

Las fallas NB en 18R fueron analizadas en Cu-Al [29] por alta resolución y en Cu-Zn-Al por TEM convencional [30]. Se observa que en 18R las fallas NB son próximas al plano ($\bar{1}28$) pero yacen en el plano equivalente al plano de hábito [30], que es uno solo, por lo cual son todas paralelas. Si bien por la cristalografía de la 18R también debería haber fallas en el plano de hábito, éstas son mucho menos frecuentes debido a la forma en que crece la martensita [29].

Las fallas NB en la fase 2H fueron observadas por HRTEM en Cu-Al [27]. Los autores observaron fallas en planos del tipo $\{121\}$. A diferencia de la 18R, este conjunto está constituido por cuatro familias de planos diferentes, en vez de dos.

¹No deben confundirse las fallas intrínsecas en la fct con las fallas en la fase 18R.

Capítulo 2

Microscopía electrónica de transmisión

2.1 Teoría dinámica del contraste

La microscopía electrónica de transmisión es utilizada para la identificación de defectos en materiales cristalinos. Los defectos producen una imagen debido al efecto que el campo de desplazamiento produce sobre la difracción de los electrones en el cristal.

La teoría dinámica de difracción de dos haces considera tanto la dispersión de los electrones desde el haz transmitido hacia uno difractado como la dispersión del difractado hacia el transmitido. Existen dos formulaciones de esta teoría. La óptica considera que los electrones son ondas monocromáticas que se difractan en el cristal. La cuántica considera que los electrones quedan descriptos por su función de onda, la cual se determina resolviendo la ecuación de Schrödinger.

La formulación de la teoría dinámica de difracción de dos haces aplicada a cristales imperfectos, se debe a Howie y Whelan [31]. A continuación haremos una breve descripción de la teoría dinámica basándonos en diversas citas bibliográficas [32], [33] y [34]. Consideraremos el formalismo óptico debido a que éste es el que se aplica para el cálculo numérico. Una breve descripción del formalismo cuántico ha sido presentada en [16].

2.1.1 Formulación de la teoría

Si solo una familia de planos cristalinos está en condición cercana de Bragg, se cumple la *condición de dos haces*. Por medio de la *aproximación columnar* el cristal se visualiza dividido en pequeñas columnas paralelas e independientes que no intercambian electrones. Esto se basa en los pequeños ángulos (0.5°) involucrados en la difracción de electrones de energías del orden de 100 keV.

Es debido a los pequeños ángulos de Bragg que la intensidad difractada es muy sensible a pequeñas deformaciones de la red.

Consideraremos a los electrones con el vector de onda en vacío $\vec{\mathcal{X}}$ interactuando con los átomos del material. La magnitud de $\vec{\mathcal{X}}$ está dada por la energía de los electrones: $\hbar^2 \mathcal{X}^2 / 2m = eE$. A partir del sistema de referencia mostrado en la figura 2.1, los electrones están descriptos por la función de onda:

$$\psi(\vec{r}) = \phi_o(z) \exp(2\pi i \vec{\mathcal{X}} \cdot \vec{r}) + \phi_g(z) \exp(2\pi i \vec{\mathcal{X}}' \cdot \vec{r}), \quad (2.1)$$

donde $\vec{\mathcal{X}}'$ es el vector de onda del haz difractado y las amplitudes de los haces ϕ_o y ϕ_g varían con z , el espesor en el cristal. $\vec{\mathcal{X}}'$ tiene la misma magnitud que $\vec{\mathcal{X}}$ (scattering elástico) y la relación entre ellos está dada por:

$$\vec{\mathcal{X}}' = \vec{\mathcal{X}} + \vec{g} + s \hat{z}, \quad (2.2)$$

donde \vec{g} es el vector de difracción que origina los dos haces. Si la incidencia ocurre fuera de la condición de Bragg la desviación está dada por el parámetro s , que es el módulo del vector perpendicular a \vec{g} que une a éste con la esfera de Ewald (ver fig. 2.1). Si el punto de la red recíproca cae dentro de la esfera s es positivo, en el caso contrario es negativo.

Consideraremos los cambios $d\phi_o$ y $d\phi_g$ producidos en ϕ_o y ϕ_g por los átomos en un elemento dz en la columna. Las ondas sufren scattering hacia adelante $\vec{\mathcal{X}} \rightarrow \vec{\mathcal{X}}$ y $\vec{\mathcal{X}}' \rightarrow \vec{\mathcal{X}}'$, y en el ángulo de Bragg $\vec{\mathcal{X}} \rightarrow \vec{\mathcal{X}}'$ y $\vec{\mathcal{X}}' \rightarrow \vec{\mathcal{X}}$. La dinámica de los haces está descrita por un sistema de ecuaciones diferenciales acopladas:

$$\begin{aligned} \frac{d\phi_o}{dz} &= \frac{\pi i}{\xi_o} \phi_o + \frac{\pi i}{\xi_g} \phi_g \exp(2\pi i s z + 2\pi i \vec{g} \cdot \vec{R}), \\ \frac{d\phi_g}{dz} &= \frac{\pi i}{\xi_o} \phi_g + \frac{\pi i}{\xi_g} \phi_o \exp(-2\pi i s z - 2\pi i \vec{g} \cdot \vec{R}), \end{aligned} \quad (2.3)$$

donde \vec{R} es el campo de desplazamientos a la profundidad z de la columna producido por deformaciones o defectos de la red. Las constantes ξ_o y ξ_g tienen unidad de longitud y son inversamente proporcionales a la amplitud de scattering atómico para los ángulos en cuestión $f(0)$ y $f(2\Theta)$. ξ_g recibe el nombre de *distancia de extinción* y ξ_o está relacionado con el índice de refracción. Estas amplitudes indican la magnitud en que son dispersadas las ondas en función del elemento dispersor. La primera ecuación indica que la variación de la amplitud del haz transmitido, luego de atravesar un elemento dz de la columna, viene dada por las contribuciones de los átomos en el elemento de volumen. Estas contribuciones son producidas por el scattering hacia adelante del haz transmitido ($\vec{\mathcal{X}} \rightarrow \vec{\mathcal{X}}$) y el scattering de Bragg del difractado ($\vec{\mathcal{X}}' \rightarrow \vec{\mathcal{X}}$). Un razonamiento similar se aplica a la segunda ecuación. El factor i indica que la amplitud de las

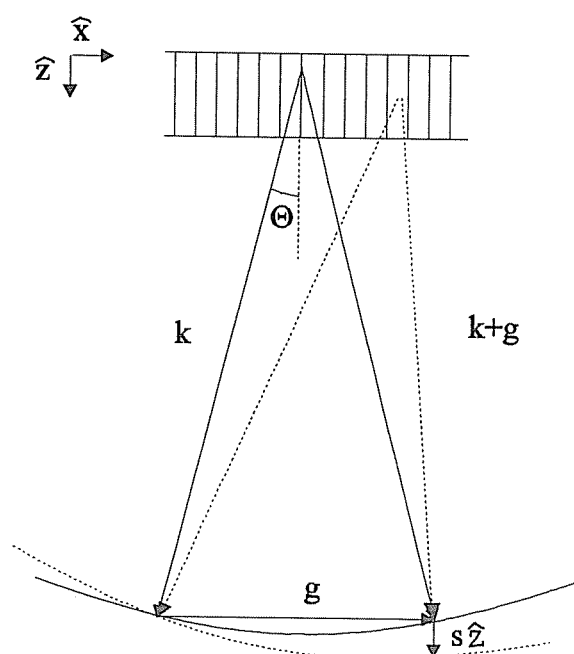


Figura 2.1: Sistema de referencia usado para describir la teoría dinámica.

ondas que sufren scattering están desfasadas 90° respecto a las incidentes, como ocurre para la luz [35].

Si un átomo está desplazado \vec{R} , la fase de la onda difractada cambia por un factor $\exp(-2\pi i \vec{g} \cdot \vec{R})$ como aparece en las ecuaciones del sistema 2.3. La fase de la onda transmitida, en cambio, no se altera por la presencia de \vec{R} .

Debido a que para calcular la imagen interesan $|\phi_o|^2$ y $|\phi_g|^2$, un cambio de fase no altera el resultado. Por ejemplo, reemplazando $\phi'_o = \phi_o \exp(-\pi i z / \xi_o)$ y $\phi'_g = \phi_g \exp(2\pi i s z - \pi i z / \xi_o)$ resulta:

$$\begin{aligned} \frac{d\phi'_o}{dz} &= \frac{\pi i}{\xi_g} \phi'_g \exp(2\pi i \vec{g} \cdot \vec{R}), \\ \frac{d\phi'_g}{dz} &= \frac{\pi i}{\xi_g} \phi'_o \exp(-2\pi i \vec{g} \cdot \vec{R}) + 2\pi i s \phi'_g. \end{aligned} \quad (2.4)$$

De este modo se removieron los términos relacionados con el scattering hacia adelante que dependen de ξ_o . La ecuación 2.1 escrita en términos de ϕ'_o y ϕ'_g resulta:

$$\psi(\vec{r}) = \phi'_o(z) \exp(2\pi i \vec{K} \cdot \vec{r}) + \phi'_g(z) \exp(2\pi i (\vec{K} + \vec{g}) \cdot \vec{r}), \quad (2.5)$$

donde \vec{K} es el vector de onda en el cristal corregido por el efecto de refracción. \vec{K} tiene las mismas componentes en \hat{x} e \hat{y} que $\vec{\mathcal{K}}$ pero cambia la componente en \hat{z} : $K_z = \mathcal{K}_z + (2\xi_o)^{-1}$.

Otra posible transformación está dada por $\phi''_o = \phi_o \exp(-\pi i z / \xi_o)$ y por $\phi''_g = \phi_g \exp(2\pi i s z - \pi i z / \xi_o + 2\pi i \vec{g} \cdot \vec{R})$ de la cual se obtiene:

$$\begin{aligned} \frac{d\phi''_o}{dz} &= \frac{\pi i}{\xi_g} \phi''_g, \\ \frac{d\phi''_g}{dz} &= \frac{\pi i}{\xi_g} \phi''_o + (2\pi i s + 2\pi i \vec{g} \cdot \frac{d\vec{R}}{dz}) \phi''_g. \end{aligned} \quad (2.6)$$

Estas ecuaciones ponen de manifiesto que el campo de desplazamientos actúa como una rotación local de los planos de Bragg cambiando el valor efectivo de s .

En el caso que exista un \vec{g} que anule el término que contiene al vector desplazamiento \vec{R} , las ecuaciones se reducen a las de un cristal perfecto y el defecto resulta invisible. Esto ocurre cuando los planos perpendiculares a \vec{g} no se deforman a pesar del campo de desplazamientos. Este *criterio de invisibilidad* se usa para caracterizar defectos aunque su aplicación es bastante limitada. Por ejemplo, en el caso de dislocaciones, el criterio sólo se aplica cuando las dislocaciones son puras (de borde o de hélice), $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$, $\vec{g} \cdot \vec{b} \times \vec{l} = 0$ y los

materiales son isotrópicos (\vec{b} es el vector de Burgers y \vec{l} es la línea de la dislocación). Para materiales anisotrópicos el criterio deja de valer y las dislocaciones no se hacen verdaderamente invisibles. Para fallas de apilamiento, el criterio de invisibilidad es $\vec{g} \cdot \vec{R} = n$ (n entero) y vale tanto para materiales isotrópicos como anisotrópicos.

Para poder caracterizar las dislocaciones en materiales anisotrópicos o fallas que difícilmente cumplan el criterio de invisibilidad, se utiliza el método de simulación de los defectos. Este método consiste en calcular la intensidad de los electrones por medio de la teoría de difracción de dos haces, usando la aproximación columnar. En esta aproximación, la imagen se calcula punto a punto. La imagen simulada se compara con la experimental.

El vector desplazamiento \vec{R} puede ser una función continua como en el caso de una dislocación o discontinua como para el caso de una falla de apilamiento. El campo de desplazamientos alrededor de una dislocación se calcula numéricamente por medio de la teoría lineal elástica anisotrópica.

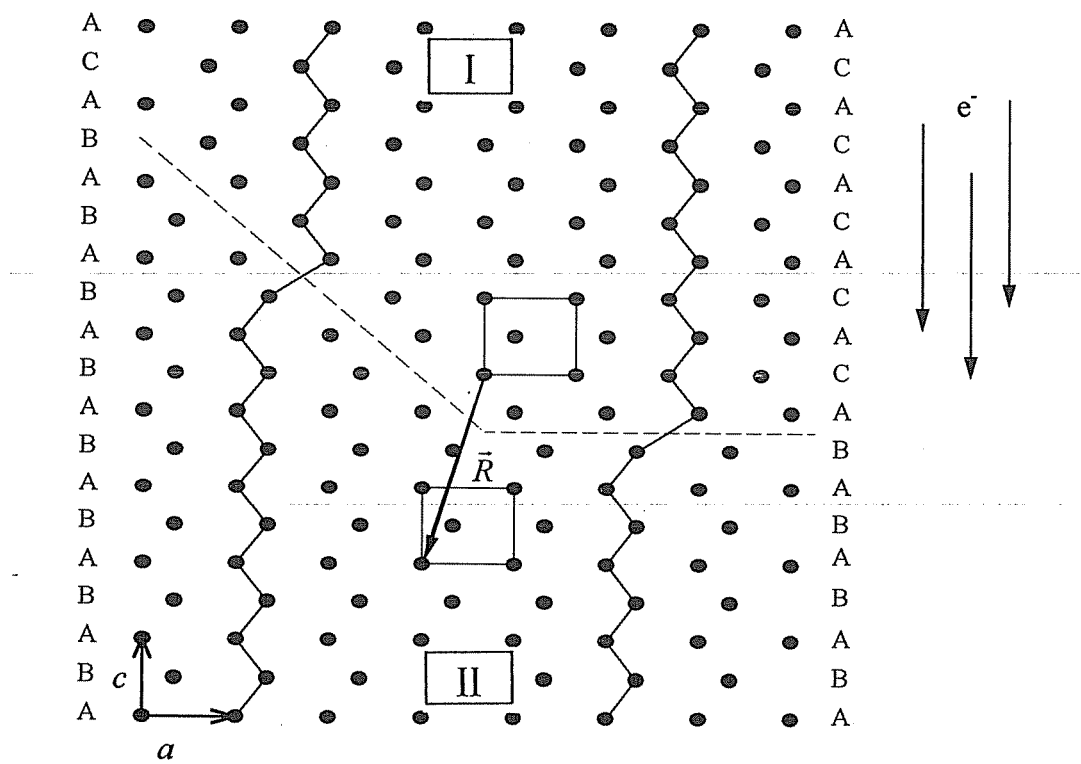
2.1.2 Vector desplazamiento producido por una falla

El *vector desplazamiento* de una falla de apilamiento es aquél que une los orígenes de las celdas unidad a cada lado del plano de falla. La figura 2.2 muestra un ejemplo de falla de apilamiento en una estructura hexagonal ABABAB... Se observa que el plano de falla separa al cristal en dos partes I y II. Seleccionando dos celdas cristalinas una en cada parte y uniendo sus orígenes por un vector se obtiene el vector desplazamiento \vec{R} de la falla cuyas características son las siguientes:

1. Queda indefinido por un vector de traslación de la red.
2. Es independiente de la orientación del plano de falla como en la figura 2.2 (si no hay dislocaciones intermedias).
3. El signo depende de la dirección de propagación de los electrones. Si los electrones pasan de la parte I a la II entonces \vec{R} va de una celda en I a otra celda en II y viceversa.
4. No tiene por qué pertenecer al plano de falla, como se muestra en el ejemplo.

Para superar el problema de la derivada discontinua en la ecuación 2.6, se asume que el cristal está libre de deformaciones. De ese modo la falla se considera como la interfase entre dos cristales perfectos desplazados uno respecto a otro y se elimina el término en $d\vec{R}/dz$. Para calcular la intensidad se integra hasta la posición de la falla, donde se ajustan las amplitudes de ϕ_o'' y ϕ_g'' por la presencia

Figura 2.2: Definición del vector desplazamiento de una falla.



$$\vec{R} = -\frac{2}{3}[100] - \frac{5}{2}[001] \equiv \frac{1}{6}[20\bar{3}]$$

de la falla y luego se continúa con la integración. ϕ''_o es independiente de \vec{R} , pero ϕ''_g cambia la fase en $\exp(2\pi i \alpha)$, donde $\alpha = \vec{g} \cdot \vec{R}$. Si α es entero la fase no se altera y la falla resulta invisible. Además, por el carácter oscilatorio, sólo es necesario considerar el valor de α en el rango $-0.5 < \alpha \leq 0.5$.

2.1.3 Campo de desplazamientos producido por una dislocación

El campo de desplazamientos producido por una dislocación depende del vector de Burgers \vec{b} . El vector de Burgers es un pseudo vector cuyo sentido depende de la convención adoptada. A continuación definiremos la que hemos utilizado en este trabajo:

- Primero se define el sentido de la línea de la dislocación¹.
- Luego se recorre un circuito cerrado alrededor de la dislocación lejos del núcleo según la convención de la mano derecha (RH).
- A continuación se reproduce el circuito en el cristal perfecto.
- Finalmente, definimos como vector de Burgers aquel que cierra el circuito en el cristal perfecto, desde el punto final (F) al inicial (S).

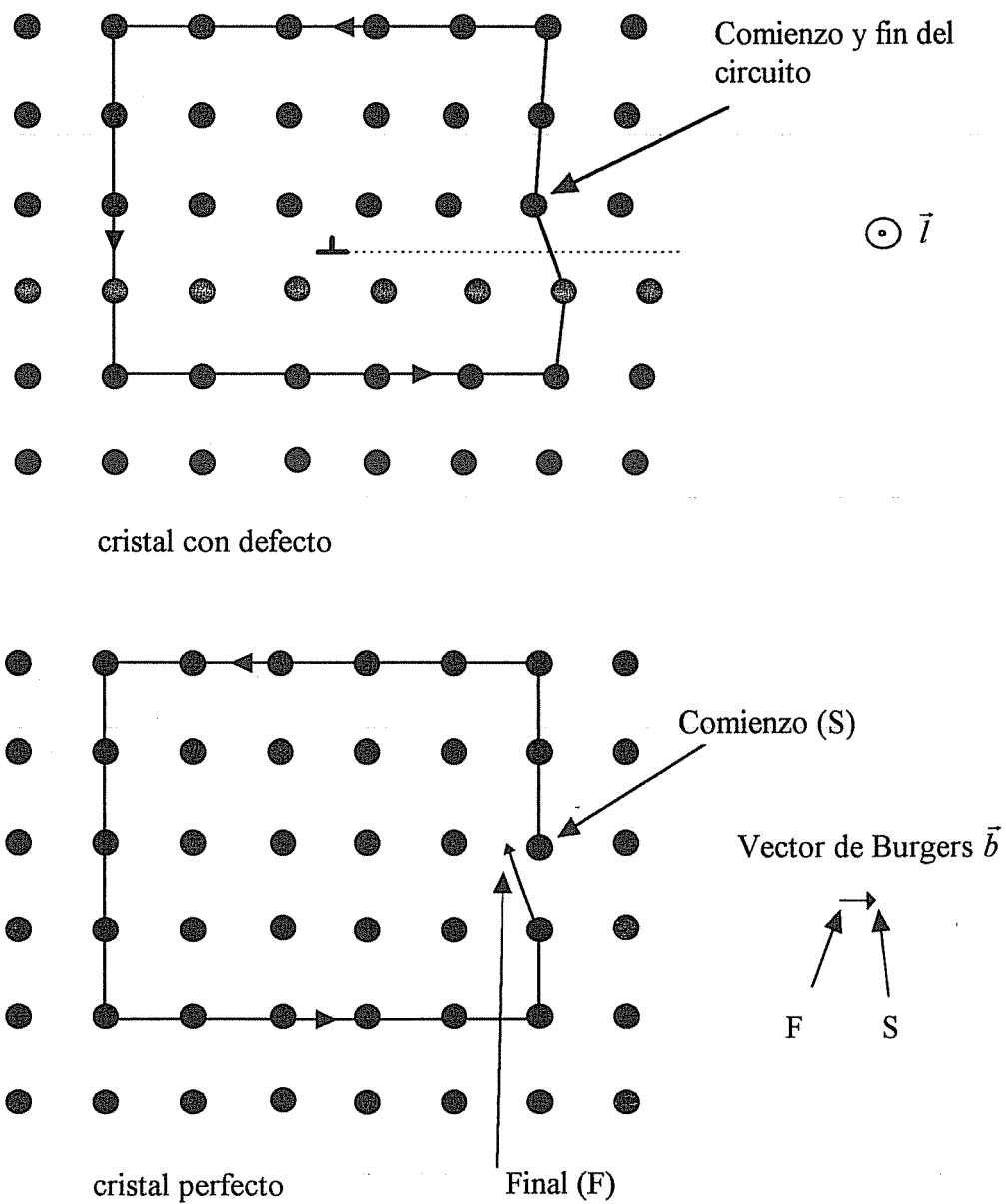
Esta es la convención FS/RH que determina el vector de Burgers en el cristal perfecto. Para dislocaciones parciales la definición sigue siendo la misma. Se resalta que a diferencia de una dislocación total, el circuito debe comenzarse en el plano de falla como se muestra en la figura 2.3. En el ejemplo de esta figura el vector de Burgers queda en el plano de falla pero no siempre es así.

Para determinar el vector de Burgers de una dislocación entre dos fallas de apilamiento, primero se divide la dislocación original en dos dislocaciones, cada una de ellas asociada a cada falla. Luego, se calculan los vectores de Burgers de cada dislocación parcial y se obtiene el vector de Burgers total como la suma de los anteriores.

En materiales anisotrópicos, en general todos los planos se deforman, aunque se trate de dislocaciones puras. Debido a que no hay una expresión analítica para el campo de desplazamientos \vec{R} , éste debe ser calculado numéricamente a partir de las constantes elásticas del material [36] [37].

¹A menos que especifiquemos lo contrario, en los gráficos de los próximos capítulos hemos tomado la línea saliente del papel.

Figura 2.3: Convención para el vector de Burgers.



2.1.4 Solución a la teoría dinámica en cristales perfectos

Resolveremos el sistema de ecuaciones 2.4 con $\vec{R} = 0$, y eliminaremos las primas de las amplitudes. La solución para ϕ_o es de la forma $\exp(2\pi i \gamma z)$. Existen dos soluciones para γ :

$$\begin{aligned}\gamma^{(1)} &= (s - \sqrt{s^2 + 1/\xi_g^2})/2, \\ \gamma^{(2)} &= (s + \sqrt{s^2 + 1/\xi_g^2})/2,\end{aligned}\tag{2.7}$$

que originan dos soluciones independientes de ϕ_o :

$$\begin{aligned}\phi_o &= C_o^{(1)} \exp(2\pi i \gamma^{(1)} z), \\ \phi_o &= C_o^{(2)} \exp(2\pi i \gamma^{(2)} z),\end{aligned}\tag{2.8}$$

donde $C_o^{(1)}$ y $C_o^{(2)}$ son constantes arbitrarias. Las soluciones para ϕ_g son:

$$\begin{aligned}\phi_g &= C_g^{(1)} \exp(2\pi i \gamma^{(1)} z), \\ \phi_g &= C_g^{(2)} \exp(2\pi i \gamma^{(2)} z).\end{aligned}\tag{2.9}$$

Las constantes $C_g^{(1)}$ y $C_g^{(2)}$ están relacionadas con $C_o^{(1)}$ y $C_o^{(2)}$ por:

$$\begin{aligned}C_o^{(1)} &= C_g^{(2)} = \cos(\beta/2), \\ C_o^{(2)} &= -C_g^{(1)} = \sin(\beta/2),\end{aligned}\tag{2.10}$$

donde $\cot \beta = s\xi_g = w$. Tanto w como β se usan para describir la desviación de la condición de Bragg. En la posición exacta de Bragg $w = 0$ y $\beta = \pi/2$. Si $s > 0$ (como el caso de la fig. 2.1) entonces $w > 0$ y $\beta < \pi/2$, y si $s < 0$ resulta $w < 0$ y $\beta > \pi/2$.

La ecuación 2.5 resulta:

$$\begin{aligned}\psi(\vec{r}) &= b^{(1)}(\vec{k}^{(1)}, \vec{r}) = C_o^{(1)} \exp(2\pi i \vec{k}^{(1)} \cdot \vec{r}) + C_g^{(1)} \exp(2\pi i (\vec{k}^{(1)} + \vec{g}) \cdot \vec{r}), \\ \psi(\vec{r}) &= b^{(2)}(\vec{k}^{(2)}, \vec{r}) = C_o^{(2)} \exp(2\pi i \vec{k}^{(2)} \cdot \vec{r}) + C_g^{(2)} \exp(2\pi i (\vec{k}^{(2)} + \vec{g}) \cdot \vec{r}),\end{aligned}\tag{2.11}$$

donde $\vec{k}^{(1)}$ y $\vec{k}^{(2)}$ tienen las mismas componentes en \hat{x} e \hat{y} que \vec{K} y \vec{K} pero diferente componente en \hat{z} :

$$\begin{aligned}k_z^{(1)} - K_z &= \gamma^{(1)}, \\ k_z^{(2)} - K_z &= \gamma^{(2)}.\end{aligned}\tag{2.12}$$

Las funciones $b(\vec{k}, \vec{r})$ en la ecuación 2.11 son funciones de onda de Bloch. La función de onda total será una combinación lineal de las dos soluciones independientes:

$$\psi(\vec{r}) = \psi^{(1)}\{\cos(\beta/2)\exp(2\pi i \vec{k}^{(1)} \cdot \vec{r}) - \sin(\beta/2)\exp(2\pi i (\vec{k}^{(1)} + \vec{g}) \cdot \vec{r})\} + \\ + \psi^{(2)}\{\sin(\beta/2)\exp(2\pi i \vec{k}^{(2)} \cdot \vec{r}) + \cos(\beta/2)\exp(2\pi i (\vec{k}^{(2)} + \vec{g}) \cdot \vec{r})\}$$

donde $\psi^{(1)}$ y $\psi^{(2)}$ le dan el peso a cada función de onda de Bloch:

$$\begin{aligned} \psi^{(1)} &= \cos(\beta/2), \\ \psi^{(2)} &= \sin(\beta/2). \end{aligned} \quad (2.13)$$

El resultado muestra que en vez de considerar a los electrones como dos ondas planas con vector de onda $\vec{\mathcal{K}}$ y $\vec{\mathcal{K}}'$ de amplitud variable ϕ_o y ϕ_g , pueden ser considerados como la combinación lineal de dos funciones de onda de Bloch de amplitudes fijas y vectores de onda levemente diferentes.

Los vectores $\vec{k}^{(i)}$ representan estados con la misma energía y forman la *superficie de dispersión*, equivalente a la superficie de Fermi para los electrones del sólido. Un corte de esta superficie con el plano determinado por \vec{K} y \vec{g} tiene forma hiperbólica en la vecindad de la zona de Brillouin (ver fig. 2.4). Las asíntotas son dos círculos cuyos radios corresponden al vector de onda \vec{K} . Uno de los círculos está centrado en el origen del espacio recíproco y el otro en el \vec{g} en condición de difracción. Los vectores solución son aquellos que conservan la componente perpendicular a z .

De 2.12 resulta que $\gamma^{(i)}$ es la distancia de la esfera de Ewald a cada rama de la hipérbola en dirección paralela al borde de la zona de Brillouin (fig. 2.4). En condición exacta de Bragg, la distancia entre las hipérbolas es $\gamma^{(2)} - \gamma^{(1)} = 1/\xi_g$. Si $s \neq 0$ resulta:

$$\gamma^{(2)} - \gamma^{(1)} = \sqrt{s^2 + (1/\xi_g)^2} = 1/\xi_g^{eff}. \quad (2.14)$$

Como la separación entre las hipérbolas crece con s , resulta que la distancia de extinción aparente ξ_g^{eff} se reduce si $s \neq 0$.

Las amplitudes relativas entre las dos funciones de onda de Bloch (ec. 2.13) están sugeridas por el trazo de las ramas en la superficie de dispersión. Si $s > 0$ entonces $\beta < \pi/2$ y se favorece a la rama 1. Por otro lado, dentro de cada rama y lejos de la condición de Bragg, siempre se favorece al haz transmitido.

Por medio de aperturas se puede seleccionar el haz transmitido o el difractado. El haz transmitido está formado por los haces con vectores de onda $\vec{k}^{(1)}$ y $\vec{k}^{(2)}$, y da origen a la imagen de *campo claro*. Los haces $\vec{k}^{(1)} + \vec{g}$ y $\vec{k}^{(2)} + \vec{g}$ forman el

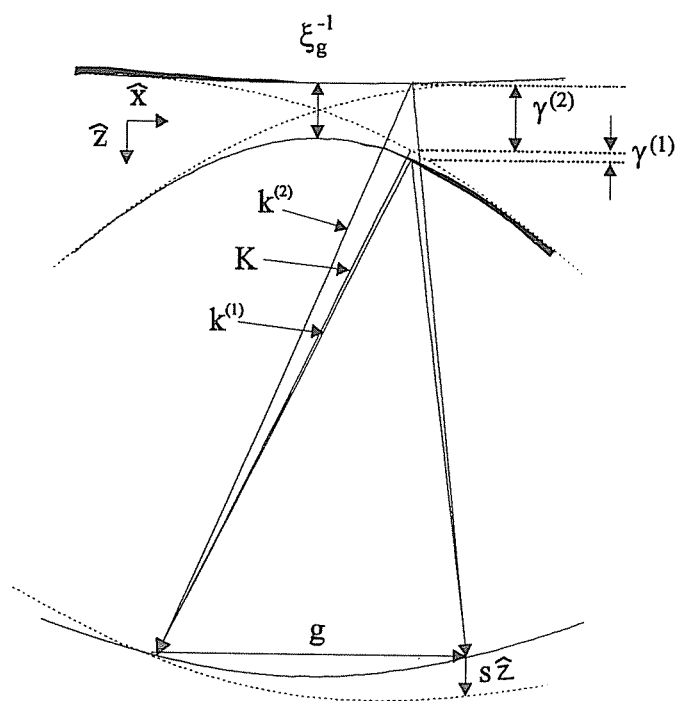
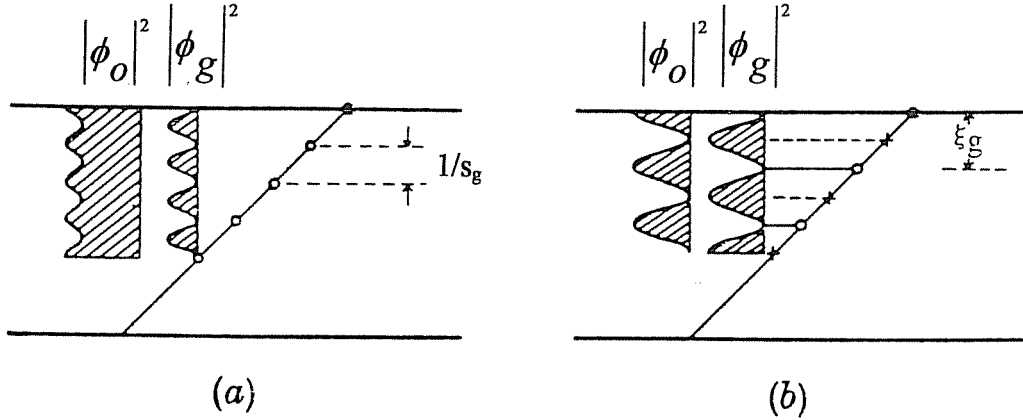


Figura 2.4: Construcción de la superficie de dispersión.

Figura 2.5: Modulación de la intensidad transmitida y difractada, en función del espesor del cristal. a) $s \neq 0$. b) $s = 0$.



haz difractado que da origen a la imagen de *campo oscuro*. Debido a la pequeña diferencia entre los vectores de onda $k^{(1)}$ y $k^{(2)}$ se origina un batido entre los haces que da origen a una modulación de intensidad en función del espesor del cristal con una periodicidad dada por la distancia de extinción. El resultado para la función de onda transmitida ψ_T y difractada ψ_S es :

$$\begin{aligned}\psi_T(z) &= \phi_o \exp 2\pi i \vec{K} \cdot \vec{r}, \\ \psi_S(z) &= \phi_g \exp 2\pi i (\vec{K} + \vec{g}) \cdot \vec{r},\end{aligned}$$

donde

$$\begin{aligned}\phi_o &= \cos(\pi z / \xi_g^{eff}) - i \cos \beta \sin(\pi z / \xi_g^{eff}), \\ \phi_g &= i \sin \beta \sin(\pi z / \xi_g^{eff}).\end{aligned}\tag{2.15}$$

En la figura 2.5 se representa la intensidad transmitida y la difractada en función del espesor, para $s \neq 0$ y $s = 0$. En condición exacta de Bragg $\beta = \pi/2$ y resulta $|\phi_o|^2 = \cos^2(\pi z / \xi_g)$ y $|\phi_g|^2 = \sin^2(\pi z / \xi_g)$. En una muestra de espesor gradualmente variable notaremos que el contraste originado por esta modulación de intensidad da origen a las *franjas de espesor*.

En condición exacta de Bragg notamos que a medida que el haz penetra en el material, su amplitud se reduce porque se difracta. Esto produce un aumento en la amplitud del haz difractado. Una vez que este último alcanza cierta intensidad, la difracción de éste en el transmitido es importante. Este juego produce la modulación de intensidad.

Los haces con vectores de onda $\vec{k}^{(i)}$ y $\vec{k}_g^{(i)} = \vec{k}^{(i)} + \vec{g}$ que pertenecen a una rama de la superficie de dispersión dan origen a las funciones de onda $b^{(i)}(\vec{k}^{(i)}, \vec{r})$

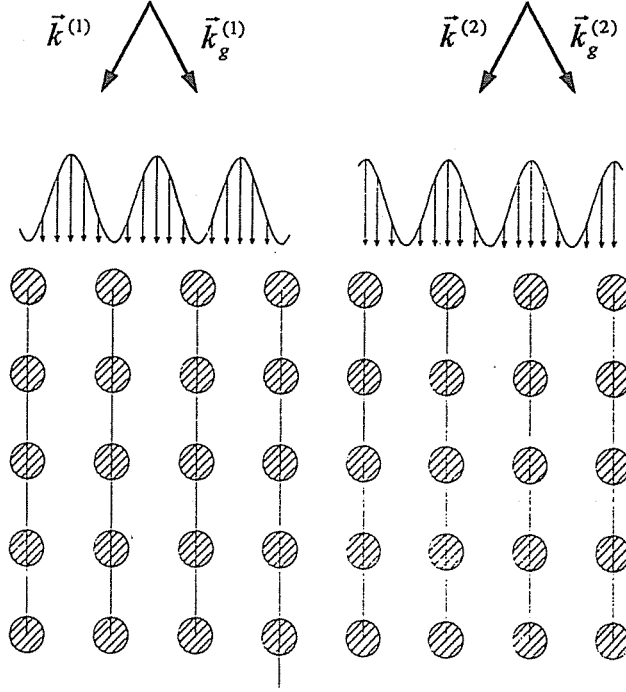


Figura 2.6: Simetría de las funciones de onda de Bloch para la condición exacta de Bragg. El flujo es paralelo a los planos difractantes.

(ec. 2.11). En condición exacta de Bragg resulta:

$$\begin{aligned} b^{(1)}(\vec{k}^{(1)}, \vec{r}) &= i \sin(\pi \vec{g} \cdot \vec{r}) \exp[2\pi i (\vec{k}^{(1)} + \frac{1}{2} \vec{g}) \cdot \vec{r}], \\ b^{(2)}(\vec{k}^{(2)}, \vec{r}) &= \cos(\pi \vec{g} \cdot \vec{r}) \exp[2\pi i (\vec{k}^{(2)} + \frac{1}{2} \vec{g}) \cdot \vec{r}], \end{aligned} \quad (2.16)$$

donde el origen está tomado en un átomo. En la figura 2.6 se representan las intensidades $|b^{(1)}|^2$ y $|b^{(2)}|^2$ en función de la distancia entre los planos atómicos. El flujo de ambas ondas es en promedio paralelo a los planos de Bragg, pero no es uniforme en sección lateral. Para la onda (1) el máximo de flujo se encuentra entre planos atómicos, mientras que para la (2) la situación se revierte y el flujo se concentra en la vecindad de los átomos. En condición exacta de Bragg ambas soluciones poseen la misma intensidad pero las fases son diferentes. Este efecto se debe a que los electrones se mueven en diferentes potenciales promedio, de modo que la refracción es diferente. Para $s \neq 0$ la amplitud de cada una varía de acuerdo a las ecuaciones 2.13.

Ambas ondas poseen la misma energía, pero como los electrones de la onda (2) están más tiempo en regiones de baja energía potencial cerca de los átomos, poseen mayor energía cinética, es decir, poseen un vector de onda más grande.

Potencial de absorción

Los electrones, además de sufrir el proceso de dispersión *elástica* que depende únicamente de la geometría cristalina y de la energía del haz (*Ley de Bragg*), interactúan con los núcleos y con las nubes electrónicas por medio de fuerzas coulombianas que generan procesos *inelásticos*. Esta interacción es lo suficientemente fuerte como para no despreciar a estos procesos, a través de los cuales se generan fonones, plasmones, rayos X, etc. Esto origina un efecto de *absorción* por el cual la muestra debe ser delgada para mantenerse transparente al haz. Este efecto se tiene en cuenta agregando un pequeño término imaginario al factor $1/\xi_o$ en 2.3 que pasa a ser de la forma $1/\xi_o + i/\xi'_o$. De este modo la función de onda total queda atenuada por un factor $e^{-\pi z/\xi'_o}$ donde ξ'_o es la distancia de absorción. Este factor disminuye la intensidad total a medida que aumenta el espesor, pero no cambia el contraste. El valor se estima en $\xi'_o \simeq 10\xi_g$.

Absorción anómala

La onda de Bloch (2) que se desplaza por los núcleos atómicos (ec. 2.16) es más dispersada que la (1) debido a que varios efectos no considerados como ionización, interacción con fonones, etc., ocurren con mayor probabilidad. De este modo, la onda (2) es removida por absorción en cristales gruesos, quedando sólo la (1). Esta absorción es incluida en la teoría dinámica añadiendo un pequeño término imaginario a la distancia de extinción:

$$\frac{1}{\xi_g} \rightarrow \frac{1}{\xi_g} + i\frac{1}{\xi'_g}. \quad (2.17)$$

Para electrones, generalmente se asume que $\xi'_g \simeq 10\xi_g$ y se ajusta alrededor de estos valores.

Al remover la onda de Bloch (2) desaparecen los vectores de onda $\vec{k}^{(2)}$ y $\vec{k}^{(2)} + \vec{g}$. Esto se manifiesta en la disminución de la intensidad de las franjas de espesor a medida que el espesor aumenta porque desaparece una de las ondas que producía el batido. Por otro lado, para $s > 0$ vimos que se favorece a la onda de Bloch (1). Como esta onda es la que sufre menos dispersión inelástica, la imagen se hace más intensa. Esta característica se aplica para aumentar el contraste en imágenes de defectos, debido a que de este modo se aclara el fondo.

2.1.5 Teoría cinemática de difracción

La *teoría cinemática de difracción de electrones* considera que la intensidad del haz difractado es mucho menor que la del transmitido, de modo que éste conserva su intensidad. La función de onda en este caso es:

$$\psi(\vec{r}) = \exp(2\pi i \vec{K} \cdot \vec{r}) + \phi_g(z) \exp(2\pi i (\vec{K} + \vec{g}) \cdot \vec{r}), \quad (2.18)$$

y la solución se obtiene reemplazando en la ec. 2.15 $\xi_g^{eff} \rightarrow 1/s$, $\cos \beta = s\xi_g^{eff} \rightarrow 1$ y $\sin \beta = \xi_g^{eff}/\xi_g \rightarrow 1/(s\xi_g)$:

$$\phi_g = \frac{i\pi z \sin \pi s z}{\xi_g \pi s z} \exp i\pi s z.$$

Esta ecuación vale si $|\phi_g| \ll 1$. Esto puede ocurrir de dos maneras:

1. $s \xi_g \gg 1$. Este caso es el que se ilustra en la figura 2.5(a). Esta teoría no describe al haz transmitido pero por conservación de electrones se asume $I_T = 1 - I_d$. La modulación de la intensidad difractada surge por interferencia entre las contribuciones de cada elemento dz en la columna. La periodicidad resulta $1/s$. Podemos observar que para s suficientemente grande las hipérbolas y los círculos prácticamente coinciden y que para $s \rightarrow 0$ la solución se aparta considerablemente. Como la teoría vale para s suficientemente grande, se considera la superficie de dispersión dada por los círculos punteados en la figura 2.4.
2. $\pi z \ll \xi_g$ y $s \rightarrow 0$. En ese caso $\phi_g = i\pi z/\xi_g$ y coincide con la solución para el caso dinámico (ec. 2.15).

2.1.6 Funcionamiento de los programas de simulación

El programa de simulación de imágenes de defectos por medio de la teoría dinámica del contraste en condición de dos haces, se debe a Head et al [38]. La versión original para estructuras cúbicas fue adaptada por P.L. Rodríguez para simular imágenes en estructuras ortorrómbicas.

La estructura de la fase 2H es ortorrómbica, en cambio la de 18R es levemente monoclinica. Esta pequeña monoclinicidad será tomada en cuenta sólo a través de las constantes elásticas (no en el ángulo β que será considerado igual a 90°).

Para obtener las simulaciones de fallas o dislocaciones, es necesario determinar una serie de parámetros. Algunos dependen del material y otros de la muestra:

Parámetros que dependen del material:

- Constantes elásticas C_{ij}
- Coeficiente de absorción anómala \mathcal{A} (depende de \vec{g})
- Parámetros de red a, b y c
- Planos de falla
- Vector desplazamiento de las fallas \vec{R}
- Vector de Burgers de las dislocaciones \vec{b}

Parámetros que dependen de la muestra:

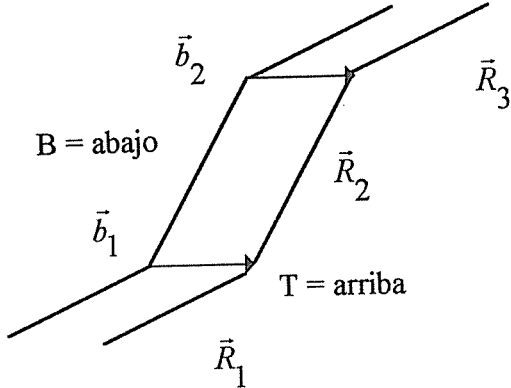
- Espesor de la muestra t
- Normal a la superficie de la muestra \vec{n}

Parámetros que dependen de la orientación:

- Dirección del haz \vec{h}
- Vector de difracción \vec{g}
- Desviación de la condición de Bragg w

El programa de simulación está preparado para una configuración de defectos como la que se indica en la figura 2.7. Esta consiste en un máximo de tres fallas y las dislocaciones intermedias que deben ser paralelas entre sí. A partir de esta configuración general se pueden generar otras más sencillas. La flecha de las dislocaciones indica el sentido de la línea. La inclinación de las fallas se indica por las letras T y B que corresponden a la intersección del plano de falla con la cara superior e inferior de la muestra, respectivamente. La cara superior es aquella por la cual incide el haz de electrones.

Figura 2.7: Configuración de fallas que calcula el programa de simulación.



Determinación del coeficiente de absorción anómala

El coeficiente de absorción anómala (\mathcal{A}) puede estimarse a partir de resultados teóricos como se indica en la figura 2.8 [38]. Estos valores deben ser incrementados por efecto de la apertura de objetivo. En general se termina de ajustar por comparación con imágenes de defectos conocidos. En la figura 2.8 agregamos cuatro puntos correspondientes a la aleación Cu-Zn-Al en fase β que fueron ajustados por Ríos Jara para la simulación de dislocaciones [39]. Como se observa, son comparables a la curva del Cu puro. Los valores de estos puntos se reproducen en la tabla 2.1.

Tabla 2.1 Coeficientes de absorción anómala para la fase β .

$\vec{g}[\text{\AA}^{-1}]$	\mathcal{A}
0.484	0.07
0.684	0.08
0.838	0.09
1.082	0.11

Estos cuatro valores corresponden a vectores de la fase β . Como no conocemos los valores de \mathcal{A} correspondientes a la estructura 18R trabajaremos con los valores de la estructura β . Para calcular el valor correspondiente a los vectores de la 18R ajustamos por una parábola:

$$\mathcal{A} = a_o + a_1g + a_2g^2,$$

donde $a_o = 0.0599$, $a_1 = 0.0003$ y $a_2 = 0.0425$. A partir de este ajuste se obtienen los valores de \mathcal{A} que se presentan en la tabla 2.2.

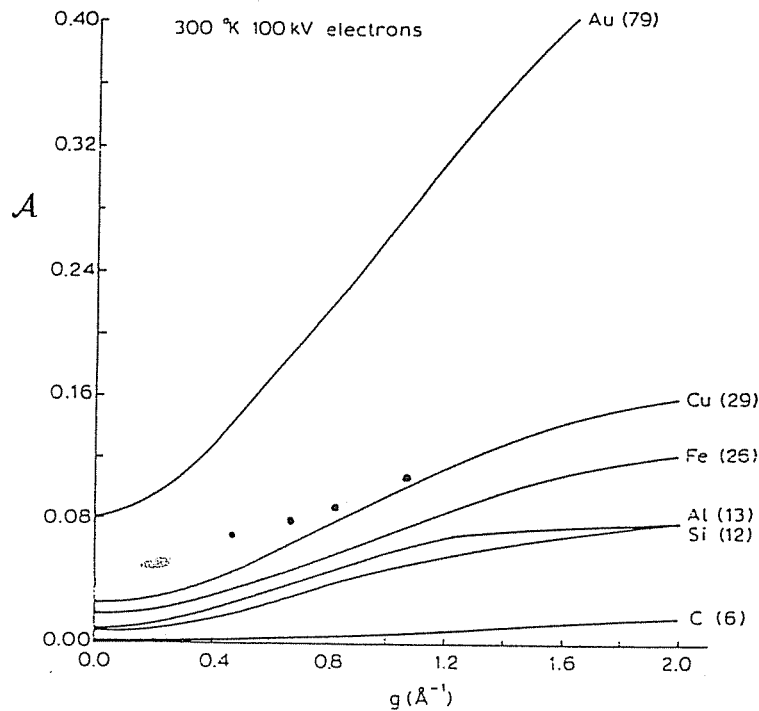


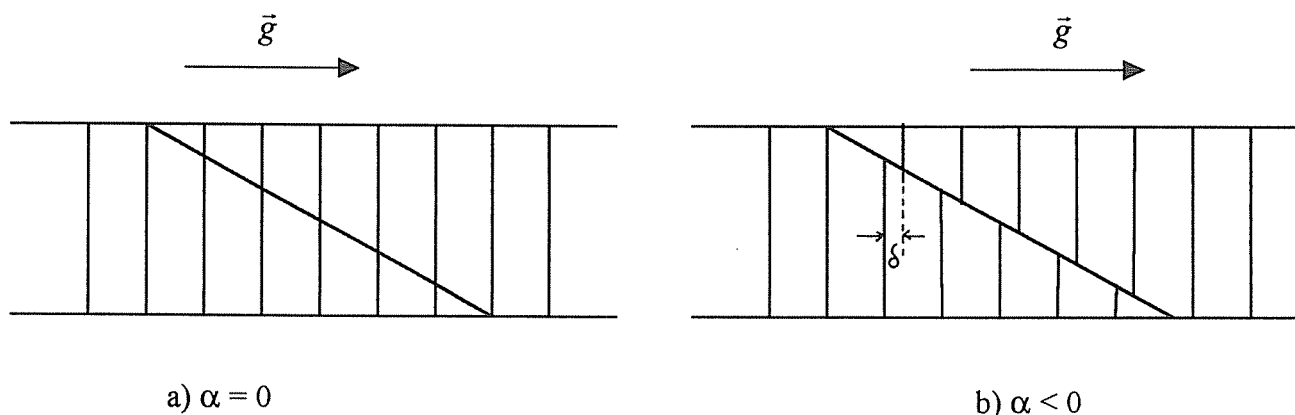
Figura 2.8: Coeficiente de absorción anómala para diferentes elementos.

Tabla 2.2 Coeficientes de absorción anómala para 18R.

\vec{g}	$ \vec{g} [\text{\AA}^{-1}]$	A
0 0 18	0.47	0.07
0 4 0	0.748	0.084
$\bar{1}$ 2 8	0.486	0.07
$\bar{1}$ 2 $\bar{1}0$	0.51	0.07
$\bar{3}$ 2 0	0.778	0.086
3 2 18	0.908	0.095

2.1.7 Interpretación de las imágenes de las fallas de apilamiento

En condición de dos haces, las imágenes de fallas de apilamiento están caracterizadas por el valor de $\alpha = \vec{g} \cdot \vec{R}$ ($-0.5 < \alpha \leq 0.5$). Si para una falla $\alpha = 0$, resulta que \vec{R} es perpendicular a \vec{g} , es decir que para la falla en cuestión, los planos cristalográficos perpendiculares a \vec{g} no se quiebran al cruzar el defecto.

Figura 2.9: Desplazamiento de los planos para diferentes valores de α .

como se grafica en la figura 2.9(a). En este caso, la falla no altera el contraste y resulta *invisible*.

Si \vec{R} en vez de ser perpendicular a \vec{g} es tal que $\vec{g} \cdot \vec{R} = 1$, significa que los planos están tan desplazados que coinciden con los vecinos. Esto es cristalográficamente equivalente a suponer que no se desplazaron. Si $|\alpha| < 1$ resulta una posición intermedia y el valor de α es el desplazamiento δ de una familia de planos al cruzar la falla. En la figura 2.9(b) graficamos un caso para $\alpha < 0$ que corresponde a $\delta \approx -0.3d_g$, donde d_g es la distancia interplanar.

Contraste de las imágenes en campo claro

Si $\alpha \neq 0$ las fallas en campo claro se ven como en las figuras 2.10 y 2.11. Estas imágenes corresponden a una falla inclinada en una muestra de espesor variable, para diferentes valores de α . Los bordes laterales están dados por la intersección del plano de falla con las dos superficies de la muestra. Notamos en el fondo los contornos de extinción. Este hecho es producido por el batido de los dos haces transmitidos que se generan en el interior del material. El espesor de la muestra varía de 2 a 4 ξ_g , los contornos claros indican que t es un número entero de distancias de extinción: $t = n\xi_g$.

El perfil de intensidades a lo ancho de la falla es simétrico respecto del centro. Las franjas que aparecen tienen una separación que corresponde a un período de ξ_g en la profundidad y por eso sólo en zonas de espesor $t = (n + \frac{1}{2})\xi_g$ el número de franjas está mejor definido y es en esas zonas donde conviene analizar las fallas. Como ejemplo, si el espesor es $3.5\xi_g$ el número de franjas que presentan las fallas

es siete.

Notamos que desde $\alpha \approx 0$ hasta $|\alpha| \approx 0.4$ el contraste de la falla va aumentando respecto del fondo. Además, la intensidad de las franjas en los extremos laterales se mantiene a pesar de que el espesor varíe. Gracias a esta propiedad se puede determinar el signo de α . Si son claras entonces $\alpha > 0$ y si son oscuras $\alpha < 0$.

Si $|\alpha|$ está entre 0.4 y 0.5 (dependiendo del espesor) el número de franjas se duplica y no puede establecerse la regla anterior. Para estos valores de α las nuevas franjas aparecen en los costados en vez de originarse en el centro de la falla (comparar $\alpha = 0.25$ con $\alpha = 0.5$ en las figs. 2.10 y 2.11).

Las figuras 2.12 y 2.13 muestra para $\alpha > 0$ y $\alpha < 0$ un cuadro de simulaciones donde se varía además el parámetro w . Si $|w| > 0$, aumenta la diferencia entre los vectores de onda que producen el batido porque aumenta la separación entre las ramas de la hipérbola (fig. 2.4). Esto disminuye la distancia de extinción efectiva (ec. 2.14), lo que produce una contracción de los contornos de extinción. Si w es levemente positivo, aumenta el contraste de las imágenes debido a que el fondo se hace más intenso. El efecto de w en las fallas es complejo porque no sólo simula un aumento de espesor, como puede observarse en la figura 2.12, sino que además cambian las características de las franjas (comparar las simulaciones para $\alpha = 0.4$).

Del análisis de la figura 2.10 se deduce en campo claro la:

Regla general del contraste

$$\begin{aligned} \alpha > 0 &\Rightarrow \text{franjas laterales claras,} \\ \alpha < 0 &\Rightarrow \text{franjas laterales oscuras.} \end{aligned} \tag{2.19}$$

Esta regla es válida si $|\alpha| \lesssim 0.4$ y para $\mathcal{A} \approx 0.1$ y $t \gtrsim 2\xi_g$, porque si no, aumenta el número de franjas como se observa en la figura 2.11. Si dos fallas presentan α de distinto signo entonces los contrastes serán opuestos. Para que además sean complementarios deben tener el mismo espesor medido en ξ_g .

Contraste de las imágenes en campo oscuro

La figura 2.14(a) muestra el perfil de intensidad para una falla observada en campo claro, calculado para $\alpha = 1/3$. Para obtener la imagen de campo oscuro a partir del campo claro, el método más práctico consiste en rotar al haz incidente dejando la muestra quieta. Como las líneas de Kikuchi son solidarias a la muestra, quedan inmóviles. Inclinando el haz transmitido de modo que cruce la banda de Kikuchi entre los dos haces intensos, se mantiene la condición de dos haces como

Figura 2.10: Simulación de fallas de apilamiento en campo claro para diferentes valores de α . En cada imagen el espesor varía de 2 a $4 \xi_g$ de abajo hacia arriba. Continúa en la figura 2.11.

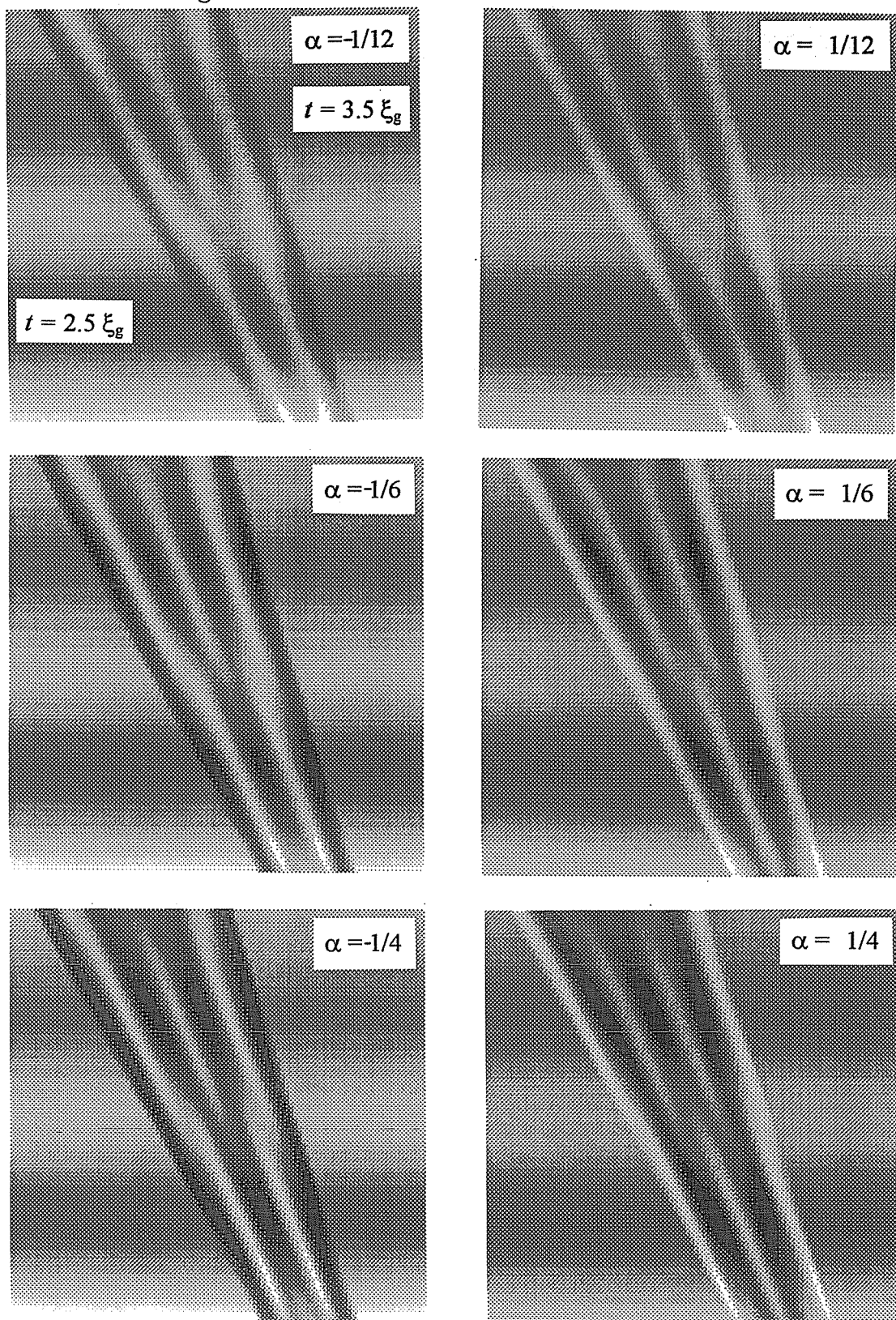
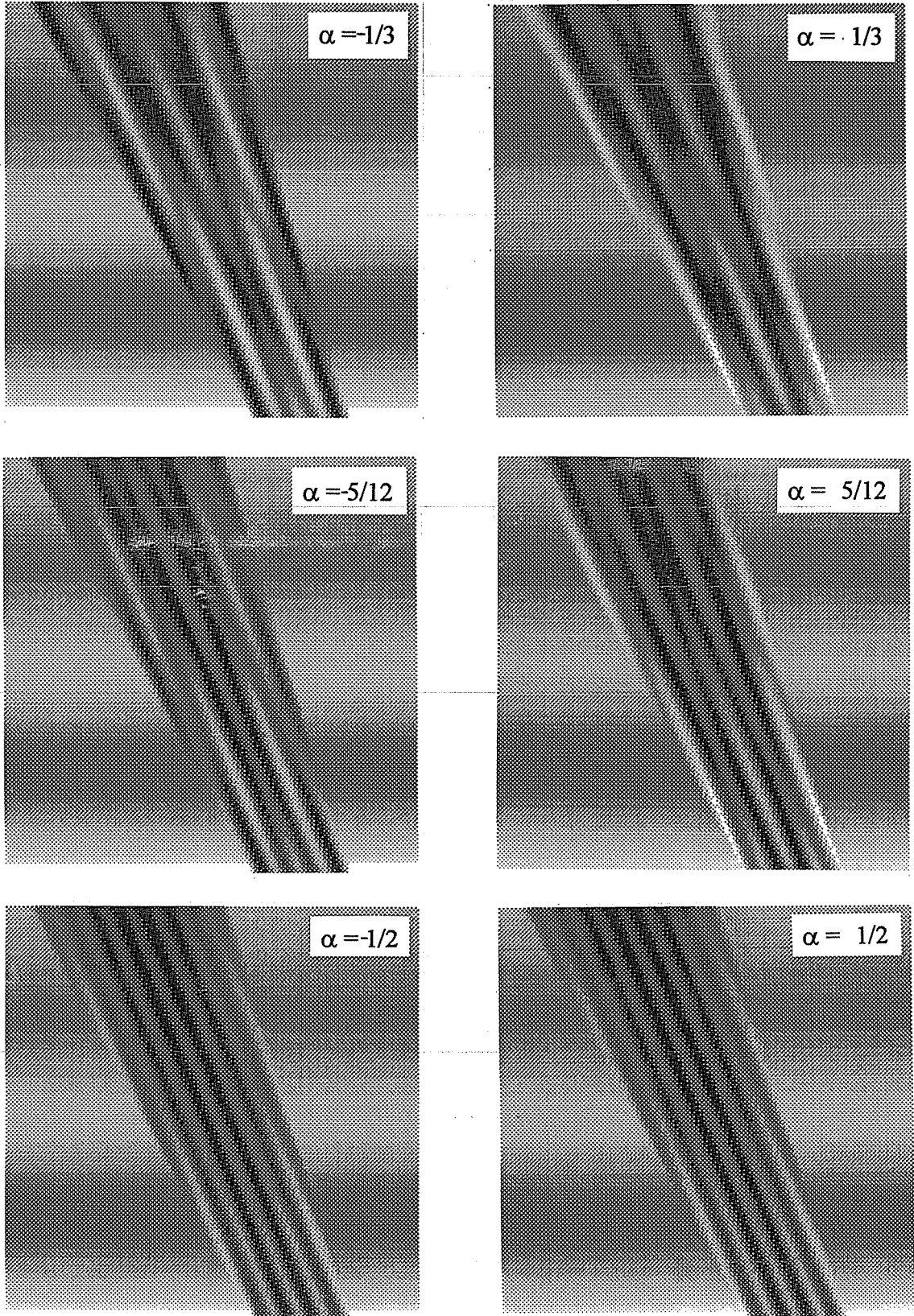


Figura 2.11: Continuación de la figura 2.10. Eje de zona [100], BF $\vec{g}=040$, plano de falla ($\bar{2}39$), $\mathcal{A}=0.1$, $\xi_g = 600\text{\AA}$, $w = 0$, escala: $2000 \times 2000\text{\AA}$.



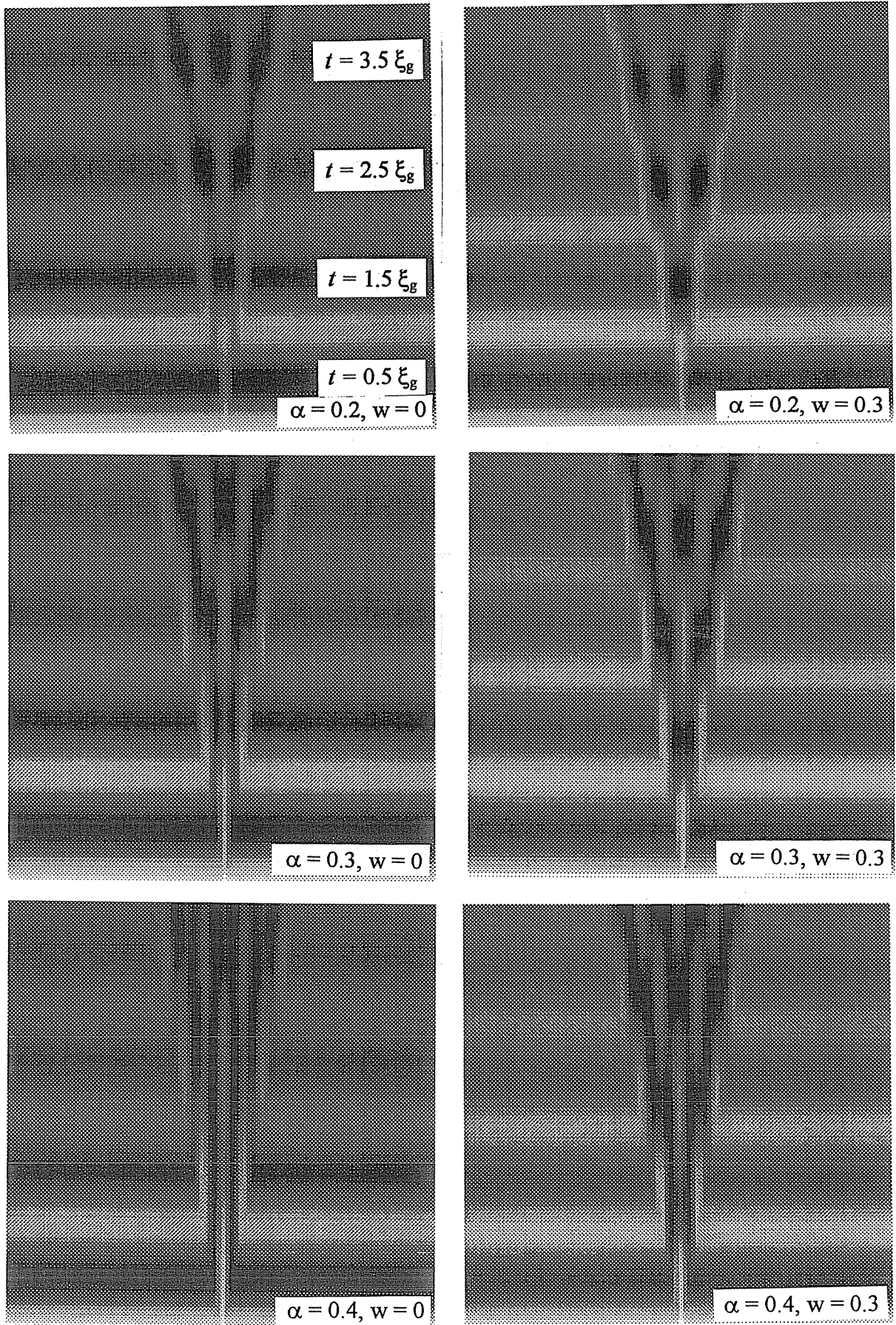


Figura 2.12: Simulación de fallas de apilamiento en campo claro para diferentes valores de α y w . En cada imagen el espesor varía de 0 a $4 \xi_g$ de abajo hacia arriba. Continúa en la figura 2.13.

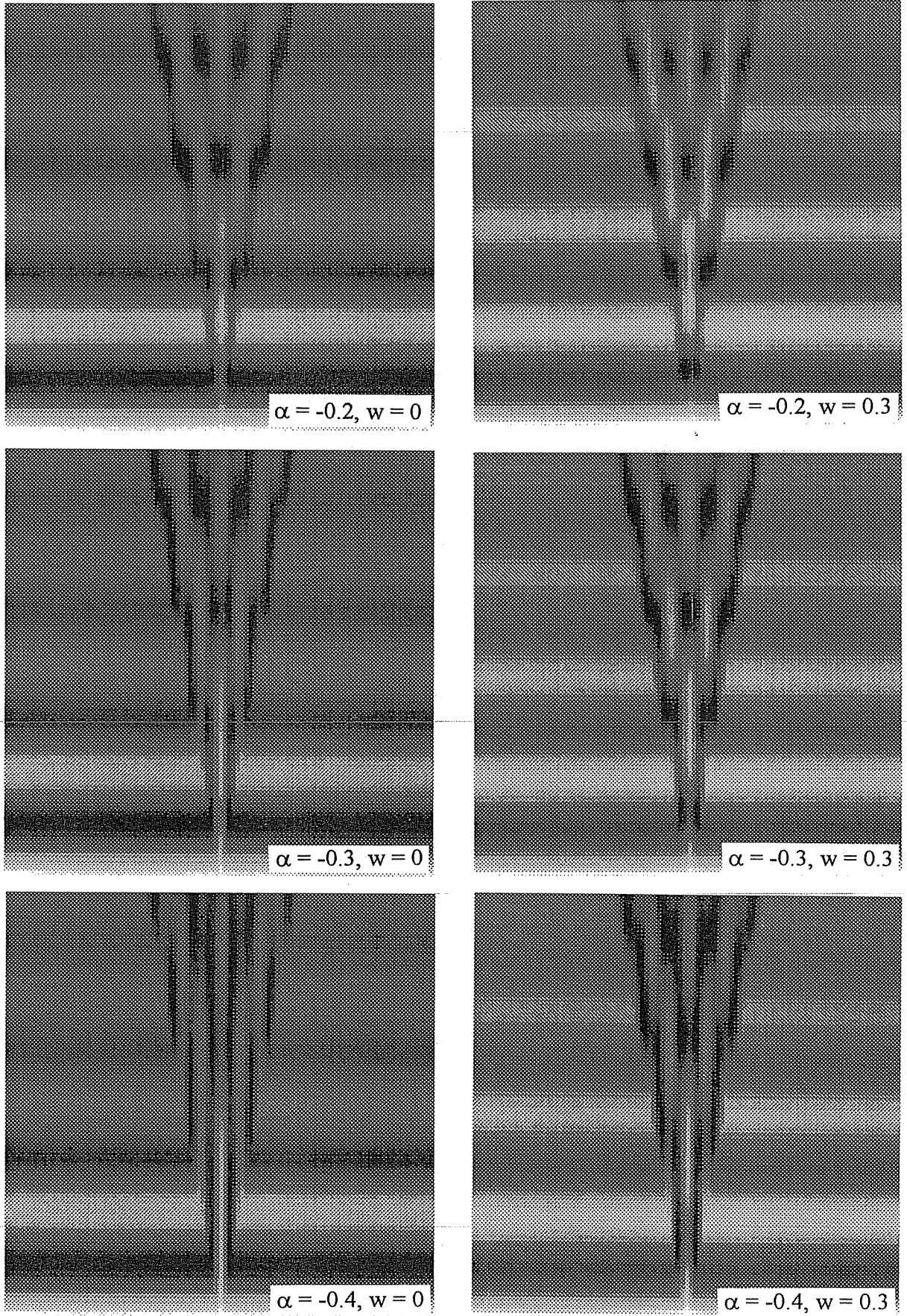


Figura 2.13: Continuación de la figura 2.12. Eje de zona $[100]$, BF $\vec{g} = 040$, plano de falla (110) , $\mathcal{A} = 0.07$, $\xi_g = 600\text{\AA}$, escala: $4000 \times 4000\text{\AA}$.

se indica en los esquemas de la figura 2.14. De ese modo el haz difractado queda alineado con el eje óptico del microscopio y se disminuyen las distorsiones de la imagen. El vector de difracción en condición de dos haces para campo oscuro es el opuesto al que origina el campo claro. Comparando la imagen de campo claro con la que se obtiene de este modo en campo oscuro (fig. 2.14(b)) resulta que se puede determinar la inclinación de la falla: *los contrastes de las franjas coinciden donde la falla intersecta la superficie inferior de la muestra.*

Determinación del espesor de la muestra

Para $w = 0$ el espesor efectivo t_{eff} de una muestra inclinada (fig. 2.15) se obtiene contando el número N de franjas en las fallas de apilamiento. En campo claro y donde las franjas de las fallas están bien definidas (franja de espesor oscura) resulta:

$$t_{eff} = N\xi_g/2. \quad (2.20)$$

A partir de t_{eff} se obtiene el espesor t :

$$t = t_{eff} \cos \aleph, \quad (2.21)$$

donde \aleph es el ángulo que forma la normal a la muestra \vec{n} con la dirección del haz \vec{h} . \aleph se calcula a partir de la indicación de los ángulos A y B en el goniómetro del portamuestra:

$$\cos \aleph = \cos A \cos B.$$

Si $w \neq 0$ se debe considerar ξ_g^{eff} (ec. 2.14) en 2.20 y en vez de contar el número de franjas en las fallas hay que referirse a las franjas de espesor.

2.1.8 Método de observación

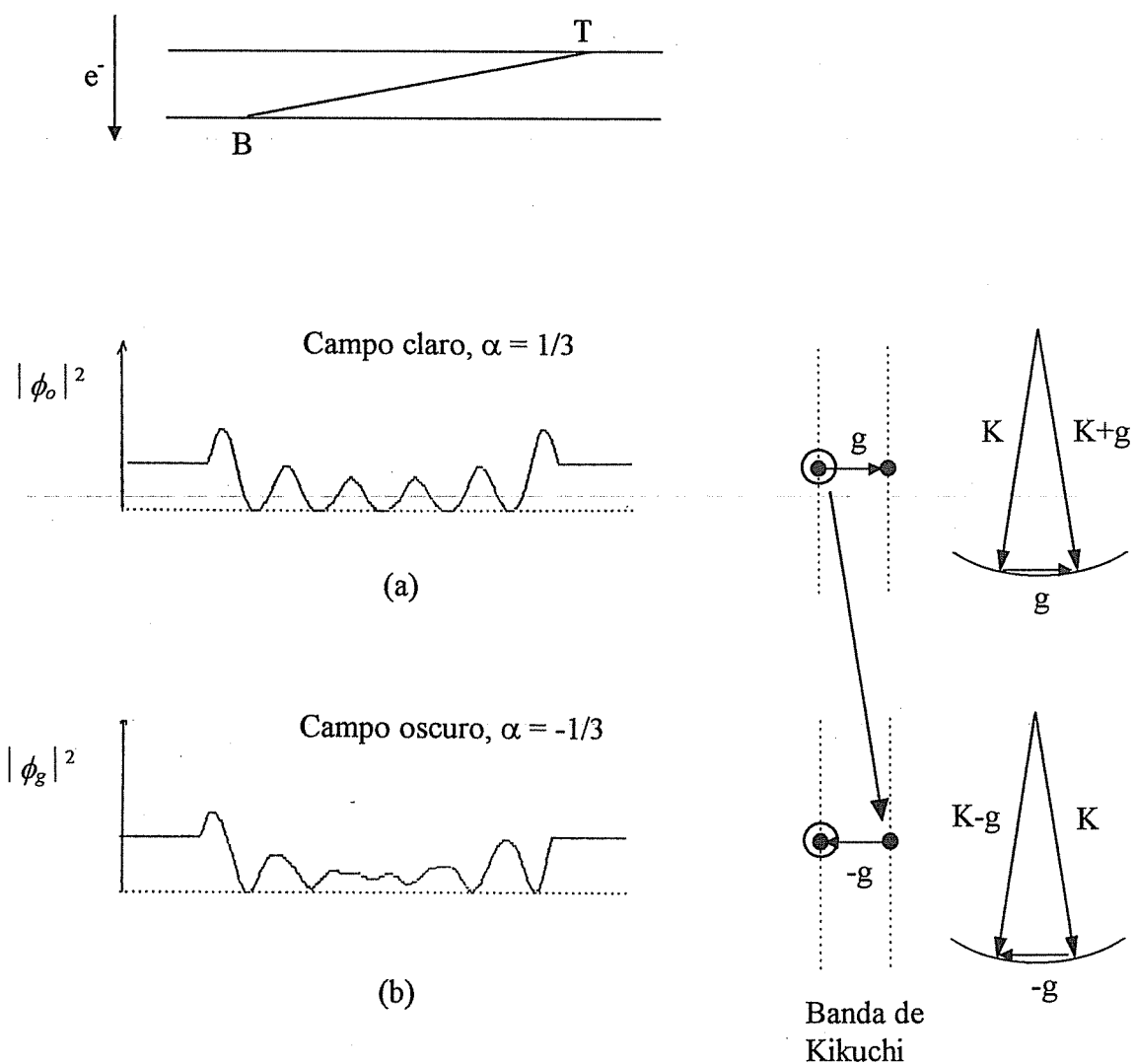
Para observar las muestras en *condición de dos haces* procedimos de acuerdo a los siguientes pasos:

1) *Determinamos la orientación de la muestra en el microscopio para poder indexar cada haz difractado.*

- Primero se busca algún eje de zona rotando la muestra. Por el patrón de difracción en general se puede determinar el tipo de eje de zona, por ejemplo $\langle 230 \rangle$ (ver fig. 1.5). En materiales monocristalinos uno puede preparar la muestra de modo que la normal coincida con algún eje de zona en particular.

- Luego se determina el lado que se está mirando. En algunos casos, por la simetría del diagrama de difracción, se puede determinar directamente. Por ejemplo, el eje de zona $[010]$ es distinguible del $[0\bar{1}0]$ (ver fig. 6.2(d)). No ocurre lo mismo para $[100]$, $\langle 210 \rangle$ y $\langle 230 \rangle$ por la simetría de la estructura. Si en

Figura 2.14: Determinación de la inclinación de la falla por comparación de las imágenes en a) campo claro obtenida con \vec{g} y b) campo oscuro obtenida con $-\vec{g}$. El haz que produce la imagen coincide con el eje óptico (marcado con un círculo). Las franjas de la falla coinciden en la parte inferior.



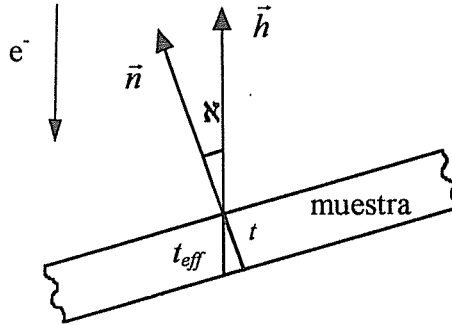


Figura 2.15: Espesor efectivo debido a la rotación de la muestra respecto al haz \vec{h} de electrones.

estos casos nada rompe la simetría entonces la elección es indistinta. Pero en nuestro caso, sabemos que los defectos NB se encuentran en planos cercanos a $(\bar{1}28)$ únicamente. Es decir que analizando la traza de los mismos respecto a las fallas de apilamiento de plano basal se determina unívocamente el eje de zona.

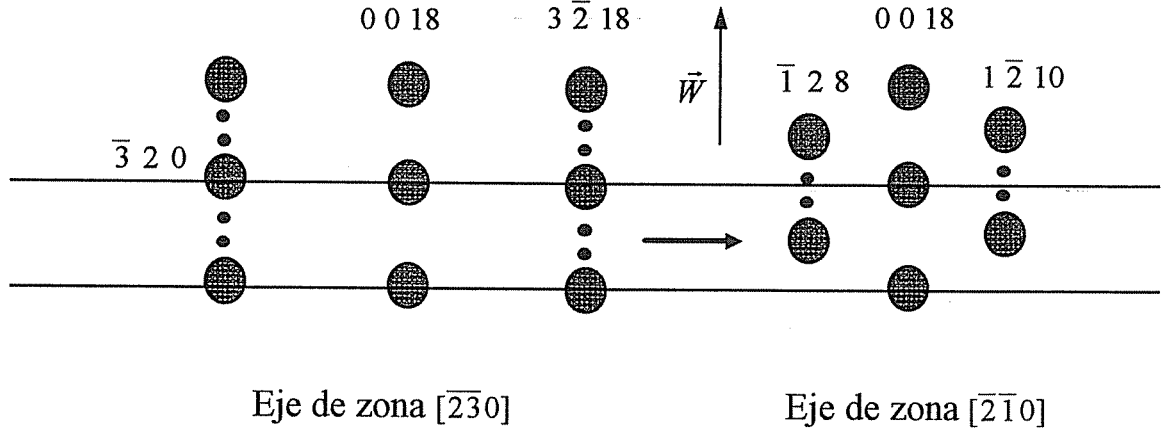
- Por último hay que indexar los haces difractados. Debido a que los diagramas de difracción tienen simetría de inversión (o de rotación de 180° alrededor de la normal), en el caso más favorable sólo hay que determinar el signo de cada \vec{g} . Para ello se deben buscar otros ejes de zona y analizar el conjunto. Por ejemplo, si estamos en $[2\bar{3}0]$ y rotamos siguiendo una línea de Kikuchi correspondiente a $\pm \vec{g} = 0018$, según el lado en que estemos girando llegaremos al $[0\bar{1}0]$ ó al $[\bar{2}10]$. En el caso de la figura 2.16, siguiendo la banda de Kikuchi como indica la flecha llegamos al eje de zona $[\bar{2}10]$. Como las bandas de Kikuchi son solidarias a la muestra, significa que estamos rotándola según indica el vector \vec{W} ⁽²⁾. Entonces el producto vectorial $[\bar{2}10] \times [2\bar{3}0]$ da un vector paralelo a \vec{W} . Como el resultado de ese producto es paralelo y del mismo sentido que $\vec{g} = 0018$ (ver fig. 1.5), resulta que \vec{W} indica a este \vec{g} a partir del cual podemos indexar el resto, como se muestra en la figura.

2) Obtenemos imágenes de las fallas en distintas condiciones de difracción.

Ubicado un eje de zona, para obtener la condición de dos haces, se debe elegir el vector de difracción y rotar la muestra de modo de “apagar” la difracción en otras direcciones. Para ello es necesario rotar un par de grados como mínimo, siguiendo la línea de Kikuchi correspondiente al vector elegido. Es importante que la difracción sea intensa sólo para el haz difractado elegido porque de otro modo la interacción entre más de dos haces puede alterar la imagen y deja de ser válida la comparación con la simulación.

²Usamos la convención RH como definimos para el vector de Burgers

Figura 2.16: A partir del eje de zona $[\bar{2}30]$ se recorre la banda de Kikuchi en el sentido de la flecha y se llega al patrón $[\bar{2}\bar{1}0]$. El eje de rotación es \vec{W} . Como el producto $[\bar{2}\bar{1}0] \times [\bar{2}30] \parallel 0018$ entonces $\vec{W} \parallel 0018$. A partir de este resultado se indexan los diferentes puntos del diagrama.



2.2 Microscopía electrónica de alta resolución

Consideremos una muestra suficientemente delgada, de modo que valga la teoría cinemática. Supongamos que el haz incide desde un eje de zona. La función de onda resulta:

$$\psi(\vec{r}) = \exp(2\pi i \vec{K} \cdot \vec{r}) \left[1 + \sum_g \phi_g \exp(2\pi i \vec{g} \cdot \vec{r}) \right].$$

Reemplazando $\phi_g = i\pi z / \xi_g$ y $\xi_g^{-1} = \lambda U_g / \cos \Theta_g \sim \lambda U_g$ [32], donde λ es la longitud de onda de los electrones y $U_g = 2meV_g/h^2$ son los coeficientes del desarrollo de Fourier del potencial cristalino:

$$V(\vec{r}) = \sum_g V_g \exp(2\pi i \vec{g} \cdot \vec{r}),$$

resulta:

$$\psi(\vec{r}) = \exp(2\pi i \vec{K} \cdot \vec{r}) \left[1 + \frac{2\pi i z \lambda m e}{h^2} \sum_g V_g \exp(2\pi i \vec{g} \cdot \vec{r}) \right];$$

es decir:

$$\psi(\vec{r}) = \exp(2\pi i \vec{K} \cdot \vec{r}) \left[1 + \frac{2\pi m e \lambda}{h^2} i z V(\vec{r}) \right].$$

Substituyendo $\sigma = 2\pi me\lambda/h^2$ y generalizando $zV(\vec{r}) \rightarrow \int V(x, y, z)dz = \varphi(x, y)$ resulta:

$$\psi(\vec{r}) = \exp(2\pi i \vec{K} \cdot \vec{r}) [1 + i\sigma\varphi(x, y)],$$

donde $\varphi(x, y)$ es la proyección del potencial en la dirección z perpendicular al eje de zona.

Esta aproximación se denomina WPOA (*weak-phase object approximation*). Es una simplificación de la teoría POA (*phase-object approximation*) en la cual la interacción del objeto con el haz sólo produce un cambio de fase en la función de onda incidente y ningún cambio en la amplitud. El cambio de fase es proporcional a la proyección del potencial cristalino. De acuerdo a la teoría POA la función de onda de los electrones queda multiplicada por $q(x, y) = \exp[i\sigma\varphi(x, y)]$.

Analizaremos la teoría POA desde otro punto de vista. Al propagarse en un medio donde el índice de refracción es diferente de 1, la onda de los electrones sufre un cambio de fase relativo a otra onda que viaja en el vacío. El índice de refracción cambia donde el potencial electrostático es diferente. Esto altera su energía cinética y por lo tanto su longitud de onda.

Para electrones de ~ 200 keV los ángulos de scattering son tan pequeños que al atravesar 100\AA no se desvían más de 1\AA . Es decir que al atravesar el material sólo perciben el potencial en una columna dentro del material. El cambio de fase que sufre la onda es proporcional a la proyección del potencial en la dirección z :

$$\varphi(x, y) = \int V(x, y, z)dz,$$

es decir que la función de onda incidente queda multiplicada por la *función transmisión*:

$$q(x, y) = \exp(i\sigma\varphi(x, y)), \quad (2.22)$$

y la función de onda de los electrones luego de atravesar el material es:

$$\psi_1(x, y) = q(x, y).$$

Esta aproximación ignora la difracción de Fresnel (dispersión lateral de la onda) que puede tener efectos importantes en muestras de mayor espesor. El resultado es que ψ_1 sólo varía su fase lateralmente, en vez de la amplitud. Una imagen enfocada con un microscopio perfecto, no mostraría contraste alguno. Si una muestra cristalina es observada desde un eje de zona, la proyección del potencial nos brinda información acerca de la estructura. Es la variación de fase que se debe transformar en cambios de intensidad para obtener una imagen.

En la teoría del contraste por difracción, descrita en secciones anteriores, se calculaba la función de onda para el espesor de la muestra, se seleccionaba un haz (el transmitido o el difractado) y el microscopio brindaba una imagen ampliada de la distribución de intensidades. Ahora es importante considerar, además de la

propagación de la onda dentro del material, la propagación de cada haz difractado en el sistema óptico del microscopio. Para formar la imagen, varios haces del eje de zona se seleccionan, y es la interferencia entre los haces lo que origina la imagen. Tanto el desenfoque como las aberraciones de las lentes, introducen cambios de fase relativos entre los haces afectando a la interferencia final. Aprovechando que estos cambios de fase se pueden inducir, la variación de fase en la imagen puede transformarse en cambios de amplitud.

Una vez conocida la función de onda ψ_1 , se considera que cada punto de la superficie actúa como emisor de ondas esféricas en el sentido de Huyghens. En el caso de muestras cristalinas, la interferencia entre estas ondas genera los haces difractados. El patrón de difracción que se genera en el plano focal de la lente objetivo es descrito por la difracción de Fraunhofer. La amplitud de la difracción es la transformada de Fourier de ψ_1 . El patrón de difracción en el plano focal actúa como emisor de ondas esféricas de Huyghens que al interferir producen la imagen ampliada de ψ_1 . La formación de la imagen se describe transformando nuevamente por Fourier a los haces en el plano focal. El efecto de las limitaciones del microscopio es introducido a través de la *función transferencia* de las lentes. Esta función, característica de las lentes, multiplica a la función de onda de los electrones en el plano focal. Modifica las amplitudes y las fases en el patrón de Fraunhofer evitando la correcta interferencia de éstos para reconstruir la imagen.

Si las lentes no poseen aberraciones, la función transferencia está dada por la apertura de la lente objetivo. Esta limita el número de haces que intervienen en la reconstrucción. Debido a los pequeños ángulos de difracción, en microscopía electrónica de transmisión se trabaja con haces paraxiales. De este modo, sólo hay que considerar las aberraciones axiales: defoco, aberración esférica, astigmatismo y aberración cromática. El astigmatismo puede corregirse, en cambio la aberración esférica y el desenfoque se tratan juntas y proveen las perturbaciones de fase más significativas. El efecto de la aberración cromática es mucho menor que el de estos dos últimos.

El cambio de fase que sufren los haces difractados, en el plano focal, en función de la coordenada radial U es:

$$X(U) = \pi \Delta f \lambda U^2 + \frac{1}{2} \pi C_S \lambda^3 U^4.$$

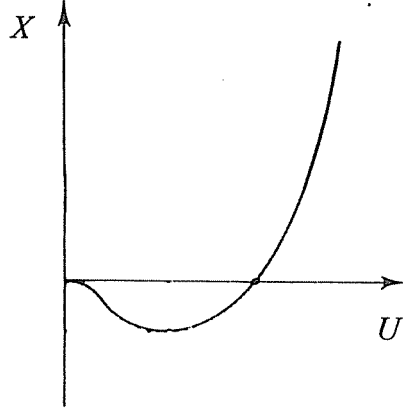
El primer término representa el cambio de foco en Δf y el segundo depende de la aberración esférica C_S . La forma de $X(U)$ está graficada en la figura 2.17.

El efecto de la apertura se representa multiplicando por la función:

$$A(U) = \begin{cases} 1 & \text{si } U < 1/2 a \\ 0 & \text{de otro modo} \end{cases}$$

donde a es el diámetro de la apertura en el plano focal.

Figura 2.17: Desfasaje X que sufren los haces en función de la coordenada radial U en el plano focal.



La función de onda en el plano focal $\Psi(U)$ está dada por la transformada de Fourier de la función de onda saliente del cristal $\psi_1(x, y)$:

$$\Psi(U) = \mathcal{F}\psi_1(x, y).$$

En el plano focal $\Psi(U)$ se multiplica por la función transferencia:

$$T(U) = A(U) \exp[-iX(U)].$$

La imagen reconstruida es la transformada:

$$\psi(x, y) = \mathcal{F}[\Psi(U)T(U)].$$

Para ilustrar el contraste por diferencia de fase, se considera la aproximación WPOA que considera cambios muy pequeños de fase. De ese modo se aproxima la ecuación 2.22 por:

$$q(x, y) = 1 + i\sigma\phi(x, y).$$

La constante 1 representa al haz transmitido (como en la teoría cinemática) y el segundo término representa al scattering. La transformada de Fourier resulta:

$$\Psi(U) = \delta(U = 0) + i\sigma\Phi(U),$$

donde $\delta(U)$ es la función de Dirac. La amplitud de la imagen resulta:

$$\begin{aligned} \psi(xy) &= \mathcal{F}[\Psi(U) \exp(-iX(U))] = \\ &= \mathcal{F}[(\delta(U) + i\sigma\Phi(U))(\cos X(U) - i \sin X(U))] = \\ &= \mathcal{F}[(\delta(U = 0) + \sigma\Phi(U) \sin X(U)) + \\ &\quad + i(\sigma\Phi(U) \cos X(U))], \end{aligned}$$

donde hemos usado $X(U = 0) = 0$ y no hemos considerado la apertura. Si $\sin X(U) = \pm 1$ entonces obtendremos una imagen que está relacionada directamente con la estructura (en ese caso $\cos X(U) = 0$). Si $\sin X(U) = -1$ se obtiene:

$$\begin{aligned}\psi(x, y) &= \mathcal{F}[\delta(U = 0) - \sigma\Phi(U)] = \\ &= 1 - \sigma\varphi(x, y),\end{aligned}$$

y la intensidad hasta el primer orden en $\sigma\varphi(x, y)$ es:

$$I(x, y) = 1 - 2\sigma\varphi(x, y).$$

La intensidad será menor cuanto mayor sea la proyección del potencial. De haber considerado $\sin X(U) = 1$, la intensidad hubiera resultado $I(x, y) = 1 + 2\sigma\varphi(x, y)$. En ese caso la intensidad es mayor cuanto mayor es la proyección del potencial. Como la fase del haz transmitido no se altera por la función transferencia, el cambio de fase introducido en los haces difractados debido a la condición $\sin X(U) = \pm 1$ es $\pm\pi/2$, un cuarto de λ .

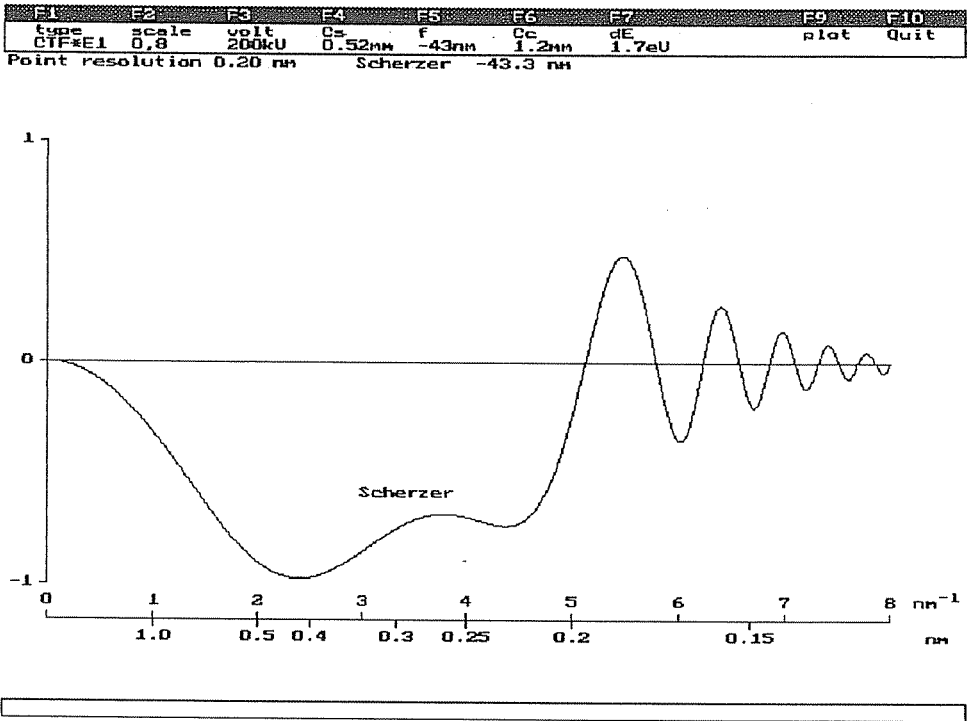
Para lograr una imagen fiel de la proyección del potencial se requiere que $\sin X(U) = \pm 1$ para todos los haces que participan en la formación de la imagen. El valor de $\sin X(U)$ varía en forma más suave cerca de los extremos de la función $X(U)$. El mínimo de $X(U)$ vale $-\pi\Delta f^2/(2\lambda C_S)$ para $U^2 = -\Delta f/(\lambda^2 C_S)$. Notemos que para que aparezca el mínimo en $U \neq 0$, el cambio de foco debe ser negativo. El defoco que minimiza la función en el valor $X(U) = -\pi/2$ es $\Delta f = -\sqrt{\lambda C_S}$. La función $\sin X(U)$ para este defoco presenta una zona bastante plana alrededor de $U = (-\Delta f/C_S)^{-1/2}/\lambda$. Para obtener una ventana más amplia dentro de la cual $\sin X(U) \sim -1$, en vez de usar un defoco que produzca un mínimo en $X(U)$ que valga $-\pi/2$, se considera un valor de defoco tal que el mínimo sea $-2\pi/3$. Este caso es el que corresponde a la figura 2.18. Los haces que son difractados en esta ventana verifican $\sin X(U) \approx -1$ dando origen a una imagen fiel. Esta condición se denomina *defoco Scherzer* y vale:

$$\Delta f = -\sqrt{\frac{4}{3}\lambda C_S}. \quad (2.23)$$

La envolvente de la función transferencia es originada por la aberración cromática (evaluada por el coeficiente C_C) y la dispersión en energía de los electrones originados en el filamento (dE). Para filamentos de LaB_6 $dE = 1.5$ a 2 eV .

El hecho que $\sin X(U)$ sea muy pequeño para U pequeño implica que se eliminan las contribuciones a la imagen provenientes del centro del patrón de difracción que son las que corresponden a variaciones suaves del potencial (de periodicidad $\sim 100\text{\AA}$). Para valores grandes de U la función $\sin X(U)$ tiene oscilaciones. Esto

Figura 2.18: Función transferencia para el defoco Scherzer en el microscopio PHILIPS CM200UT. ($C_S = 0.52 \text{ mm}$, $C_C = 1.23 \text{ mm}$, 200 kV , $dE = 1.7 \text{ eV}$).

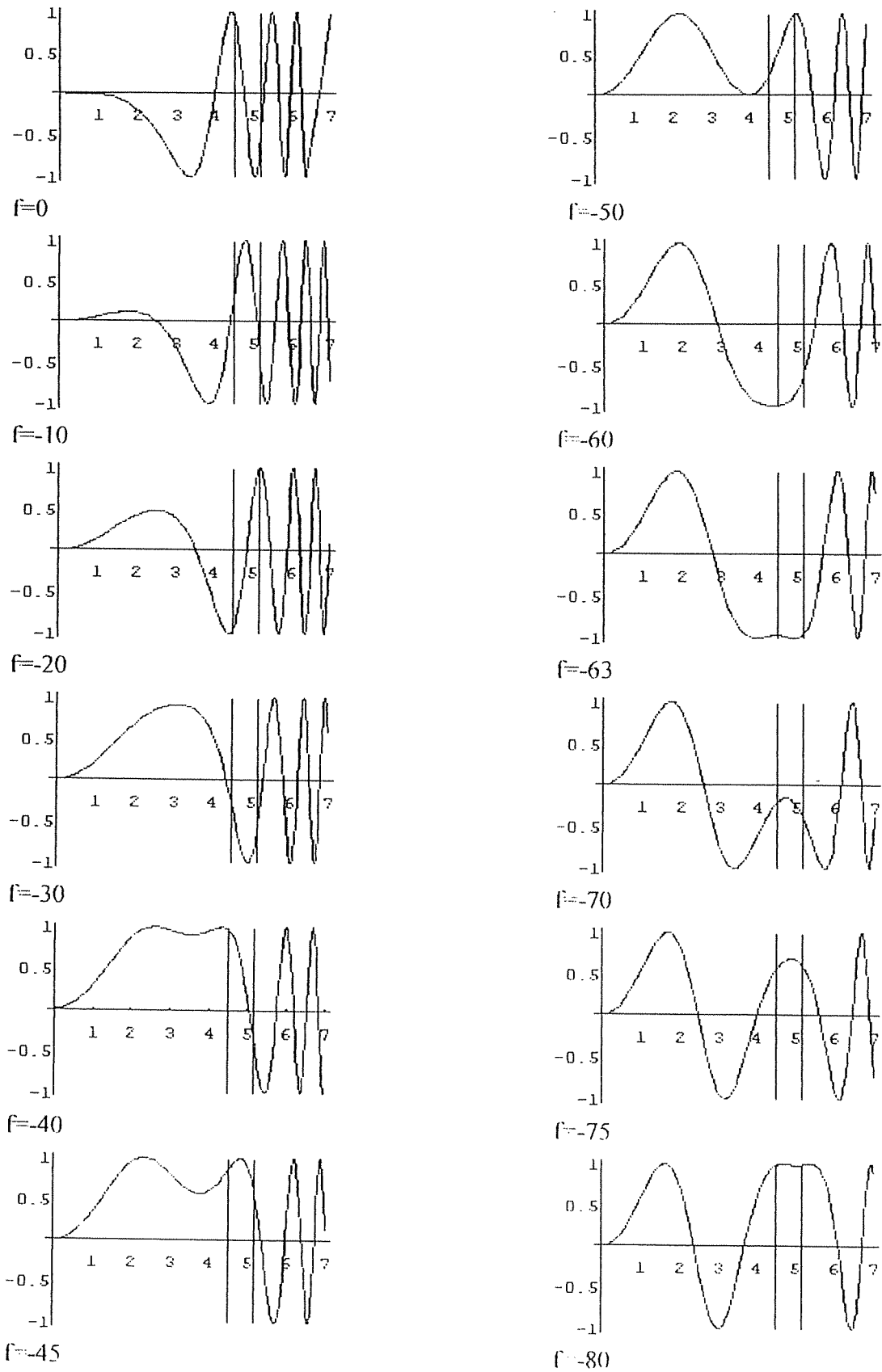


produce que el detalle fino de la imagen (frecuencia espacial alta) no sea interpretable. En general se usa la apertura de objetivo para eliminar estas contribuciones que pueden producir detalles finos artificiales. El valor de U para el cual la función $\sin X(U) = 0$ ($U \neq 0$), determina el límite para la resolución punto a punto en una imagen. Esta resolución vale ~ 0.2 nm en la figura 2.18.

Para cristales, el patrón de difracción consiste en unos pocos picos. Para producir la imagen, sólo interesa el valor de $\sin X(U)$ para esos valores de U . Las oscilaciones de $\sin X(U)$ entre los haces, no afectan a la imagen. En la figura 2.19 se muestra una secuencia de funciones $\sin X(U)$ para diferentes valores de defoco, para un microscopio con $C_S = 0.52$ mm operando en 200kV ($\lambda = 0.025$ Å). El defoco Scherzer vale -42 nm (ec. 2.23). En el conjunto de figuras hemos indicado un rango de valores de U en el cual se encuentran los haces difractados para la estructura 18R desde el eje de zona [210] (ver fig. 6.2). El rango corresponde a $4.49 < U < 5.16$ nm⁻¹. Notamos que los haces de interés no caen en la ventana correspondiente al Scherzer. Sin embargo para $\Delta f = -63$ nm el rango de interés cae en un máximo de la función transferencia. Es decir que las componentes periódicas de una imagen se pueden reproducir para espaciados mucho menores que la resolución punto a punto. Esto se aplica hasta cierto límite debido a la envolvente de la función transferencia (fig. 2.18).

La bibliografía utilizada para esta sección fue [33] y [40].

Figura 2.19: Función transferencia para diferentes valores de defoco, indicado en cada figura ($C_S = 0.52 \text{ mm}$ y 200kV).



Capítulo 3

Cristalografía de las fallas

3.1 Fallas de apilamiento de plano basal

Durante la transformación martensítica una familia de planos $(110)_\beta$ se transforma en planos compactos que se van acomodando de acuerdo a la secuencia de la fase martensítica que corresponda. La microestructura de la martensita 18R presenta fallas de apilamiento en el plano compacto o *plano basal* para lograr una interfase invariante o *plano de hábito* entre la fase matriz β y la martensita. En cambio la martensita 2H se acomoda a la condición de plano de hábito invariante a través de la generación de maclas. Debido a esta característica, la densidad de fallas basales en la fase 18R es mucho mayor que en la fase 2H. Se considera que las fallas basales en 2H se generan accidentalmente por error al apilar los planos compactos [21].

La secuencia perfecta de la estructura 18R es AB"CB"CA"CA"BA"BC"BC"AC"AB"... Una forma alternativa de describir las estructuras compactas es dar una secuencia de vectores \vec{R}^+ y \vec{R}^- que se van aplicando sobre cada plano para obtener el siguiente. La figura 3.1 muestra cómo obtener la 18R. Aplicándole a un plano inicial A un vector \vec{R}^+ se obtiene un plano B" (ver fig. 1.2), aplicando a B" el mismo \vec{R}^+ se obtiene C y aplicándole a C \vec{R}^- se obtiene B". Es decir que la secuencia perfecta se obtiene aplicando \vec{R}^+ , \vec{R}^+ y \vec{R}^- sucesivamente. Para describir la estructura 2H, la secuencia se genera a partir de un plano A, aplicando los vectores \vec{R}^+ y \vec{R}^- sucesivamente.

Para la fase 18R tenemos que los vectores \vec{R}^+ y \vec{R}^- (expresados en el *sistema monoclinico*) valen:

$$\begin{aligned} 18R &\Rightarrow \vec{R}^+ = \frac{1}{18}[691] + \frac{2}{3}\rho[100], \\ 18R &\Rightarrow \vec{R}^- = \frac{1}{18}[\bar{6}91] - \frac{4}{3}\rho[100], \end{aligned}$$

donde ρ está dado por la ecuación 1.4. Para 2H (expresados en el *sistema ortorrómbico*) resultan:

$$\begin{aligned} 2H &\Rightarrow \vec{R}^+ = \frac{1}{6}[233] + \rho[100], \\ 2H &\Rightarrow \vec{R}^- = \frac{1}{6}[\bar{2}33] - \rho[100]. \end{aligned}$$

Si bien los vectores \vec{R}^+ y \vec{R}^- de 2H y 18R parecen diferentes, son exactamente los mismos expresados en diferentes sistemas. Para cada estructura resulta:

$$\vec{2R}^+ + \vec{R}^- \Rightarrow \text{vector de traslación en 18R,} \quad (3.1)$$

$$\vec{R}^+ + \vec{R}^- \Rightarrow \text{vector de traslación en 2H.} \quad (3.2)$$

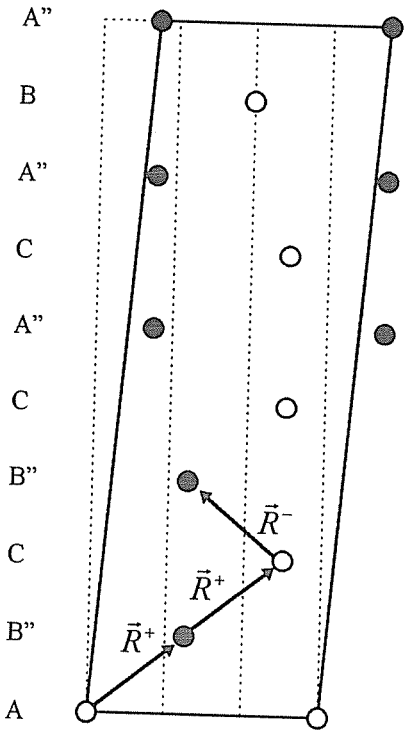
La mayoría de las fallas de apilamiento de plano basal presentes en la martensita 18R son de tipo hexagonales y cúbicas. La falla hexagonal presenta un segmento de 6 planos basales con la secuencia de una estructura hexagonal: ABC BCA CAB AB ABC BCA (separamos algunos planos para facilitar la lectura), en cambio, la falla cúbica se caracteriza por un segmento de 4 planos basales que presentan la secuencia de una fcc: ABC BCA CAB ABCA CAB ABC. En la figura 3.2 se representa la secuencia de planos a través de estas fallas de apilamiento.

Para determinar el vector desplazamiento tomaremos como convención que observamos las fallas desde la dirección [001]. En ese caso, se prolonga la secuencia superior a través de la falla (línea de trazos en la figura 3.2) y se estudia qué vector hay que desplazarla para hacerla coincidir con la secuencia al otro lado de la falla. El vector de falla hexagonal es $\vec{R}_H = \vec{R}^+$ y el vector de la falla cúbica es $\vec{R}_C = -\vec{R}^+$, es decir:

$$\vec{R}_H = -\vec{R}_C = \vec{R}^+ = \frac{1}{18}[691] + \frac{2}{3}\rho[100]. \quad (3.3)$$

En la componente $\frac{1}{2}[010]$ el signo es indistinto.

Figura 3.1: Descripción de la estructura 18R por medio de la secuencia de vectores $\vec{R}^+ \vec{R}^+ \vec{R}^-$.



El vector de falla de una doble hexagonal (dos hexagonales adyacentes) es el doble del que corresponde a una falla hexagonal, es decir $2\vec{R}_H \equiv -\vec{R}^-$ (ver ec. 3.1 y recordar que el vector de falla queda indeterminado por un vector de traslación). Para una triple hexagonal el vector resultante es $3\vec{R}_H$. En las ecuaciones 3.4 se resumen los vectores desplazamiento de las fallas basales en 18R, expresados en el sistema monoclinico.

$$\begin{aligned}
 \vec{R}_H &= \vec{R}^+ = \frac{1}{18}[691] + \frac{2}{3}\rho[100], \\
 2\vec{R}_H &= -\vec{R}^- = \frac{1}{18}[69\bar{1}] + \frac{4}{3}\rho[100], \\
 3\vec{R}_H &= -\frac{1}{3}[100] + 2\rho[100], \\
 \vec{R}_C &= -\vec{R}^+ = -\frac{1}{18}[691] - \frac{2}{3}\rho[100].
 \end{aligned} \tag{3.4}$$

Las fallas hexagonales y cúbicas pertenecen al grupo de las fallas secuenciales, es decir que para formarlas o eliminarlas no basta el deslizamiento de un plano sobre otro sino que además aparece una componente perpendicular al plano de falla en el vector desplazamiento. Pensando a la 18R como una fct con fallas cada tres planos, para producir una falla cúbica o hexagonal la separación de las fallas de la fct debe ser cada cuatro o dos planos, respectivamente. Esto produce un desplazamiento de todas las fallas de fct que se encuentran del otro lado del plano de falla de 18R. Esta característica implica que las fallas secuenciales sólo pueden producirse durante la transformación martensítica y no como deformación plástica de la martensita posterior a la transformación.

Las fallas de apilamiento de plano basal en la estructura hexagonal son todas de tipo cúbicas, sin embargo, existen dos clases diferentes, falla cúbica I y II. Se caracterizan por un segmento de 3 planos basales con la secuencia de la estructura fcc: AB AB AB AC AC AC ... ó AB AB AB AB CB CB ... como se representa en la figura 3.3. Ambos segmentos son de tipo cúbico pero apilados en forma inversa.

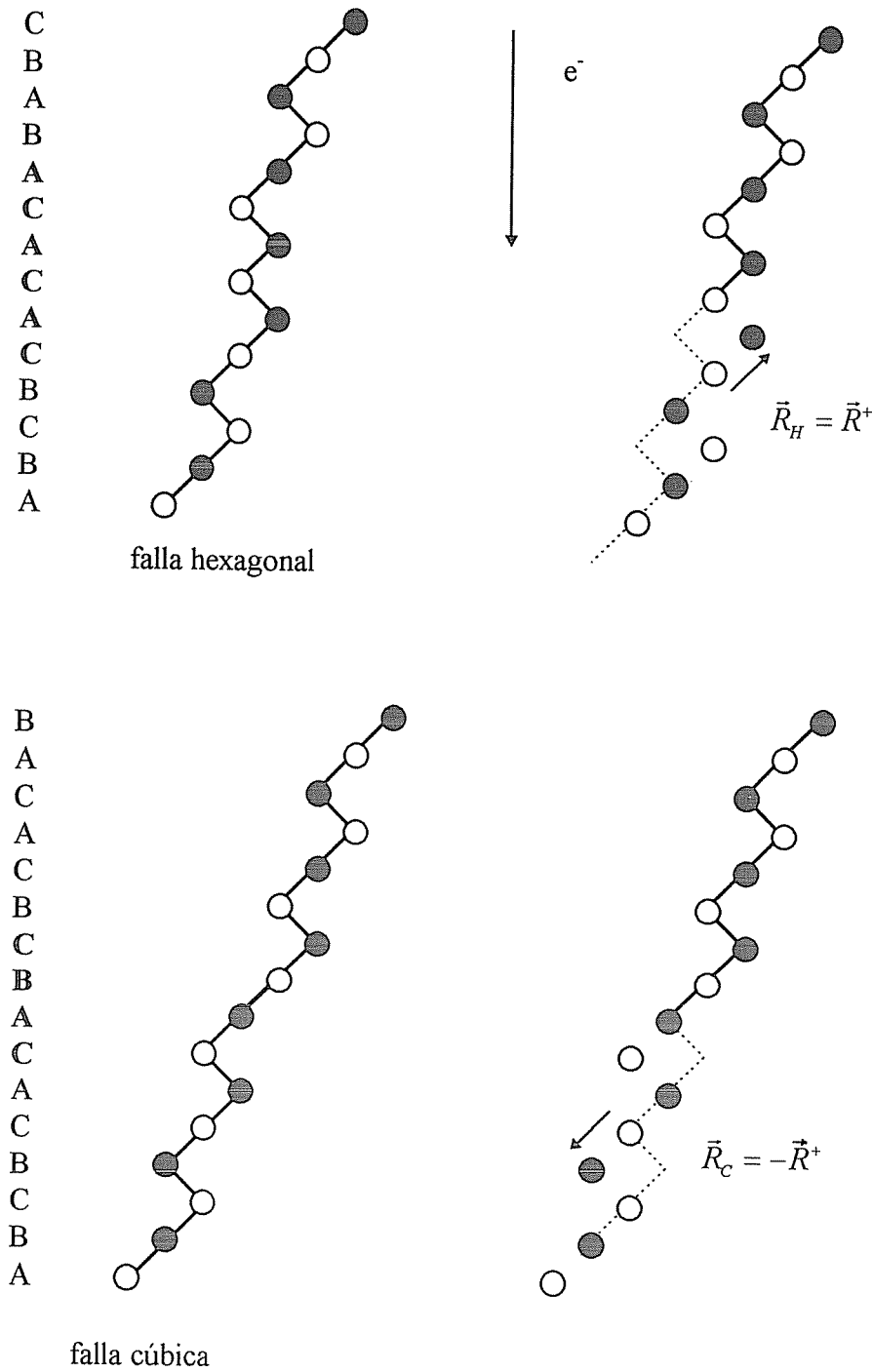
El vector desplazamiento de cada una de estas fallas de apilamiento de la fase 2H se determina como está indicado en la figura 3.3. Para la falla cúbica I el vector desplazamiento es \vec{R}^+ y para la cúbica II es $-\vec{R}^+ \equiv \vec{R}^-$. Los vectores desplazamiento de las fallas de apilamiento de plano basal en 2H son¹:

$$\vec{R}_I = -\vec{R}_{II} = \vec{R}^+ = \frac{1}{6}[233] + \rho[100]. \tag{3.5}$$

En las componentes $\frac{1}{2}[010]$ y $\frac{1}{2}[001]$ el signo de las componentes es indistinto.

¹En [28] se especifica el vector desplazamiento desde la dirección $[00\bar{1}]$ y por eso el signo es el opuesto.

Figura 3.2: Determinación de los vectores desplazamiento de las fallas de apilamiento de plano basal en 18R. Debe seguirse la secuencia desde la parte superior (línea de trazos) a través del plano de falla y ver qué vector hay que desplazarla para que coincida con la distribución de los átomos.



El ejemplo de la figura 2.2 corresponde a la falla cúbica I en 2H (sin considerar el orden de los elementos ni la distorsión tetragonal).

Es interesante destacar que en ambas estructuras, las dos clases de fallas de apilamiento de plano basal están dadas por el vector desplazamiento $\pm \vec{R}^+$.

3.2 Análisis cristalográfico de las fallas NB

Por TEM se observa que además de las fallas de apilamiento, existen fallas o defectos planares cercanos al plano $(\bar{1}28)_{18R}$ y $\{\bar{1}21\}_{2H}$ que hemos llamado fallas no-basales (NB). Tanto en la fase 18R como en la 2H se observa que las fallas NB están siempre conectadas con las fallas de apilamiento de plano basal. A partir de estos datos hemos hecho un análisis cristalográfico de las fallas no-basales para determinar la distribución atómica en cada una de ellas como paso previo a las observaciones experimentales. Este análisis nos servirá luego para interpretar los resultados.

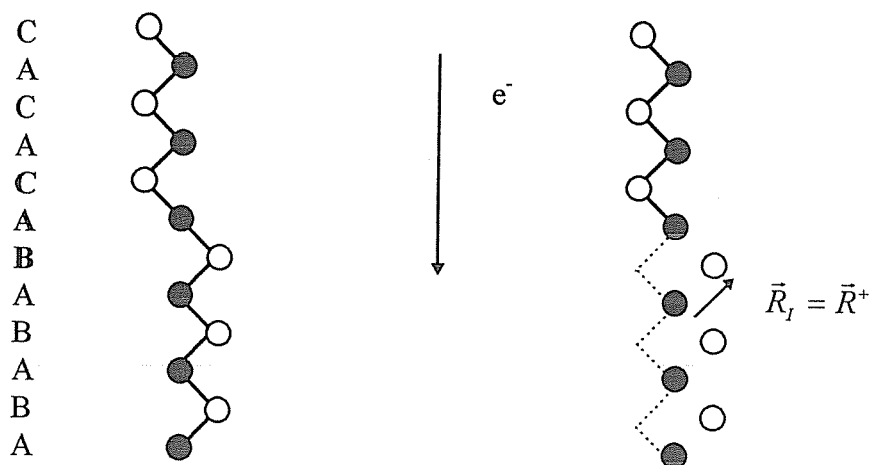
En la figura 3.4(a) se muestra un segmento de una falla hexagonal en 18R vista desde $[\bar{2}10]$. Desde esta dirección los planos basales (001) y los planos $(\bar{1}28)_{18R}$ están de canto y es posible detectar la secuencia de apilamiento. Cada esfera representa la posición de un átomo (las oscuras están delante de las claras). Las líneas poligonales blancas son una guía para seguir el apilamiento de los planos compactos². Si se trata de empalmar las secuencias perfectas a los costados de la figura, con la secuencia a través de la falla hexagonal, se observa que surgen dos tipos de fallas NB³. En ambas existen dos planos basales continuos de cada tres, pero el tercero presenta un hueco en la que llamamos falla F_0 y una superposición de átomos en la F_x . En la figura 3.4(b) se muestra un corte donde se observan los dos planos indicados en la secuencia de la derecha en el inciso (a) de la misma figura, donde se muestra cómo son los huecos y las superposiciones mencionadas. Como se observa, los huecos no son vacancias, debido a que son menores en tamaño. La separación (superposición) en el plano basal que no es continuo vale $\pm \vec{b}_{1/3}$ (ec. 1.12). Hemos considerado una falla basal hexagonal, pero una cúbica da origen a las mismas fallas NB.

Una falla doble hexagonal da origen a otra clase de fallas NB como se esquematiza en la figura 3.5. Los planos basales están indicados por líneas de trazos horizontales y las dos líneas llenas indican la presencia de dos fallas hexagonales adyacentes, como se detecta siguiendo el trazo de la poligonal. Vemos que la falla NB que surge a la derecha se compone de superposiciones (indicadas

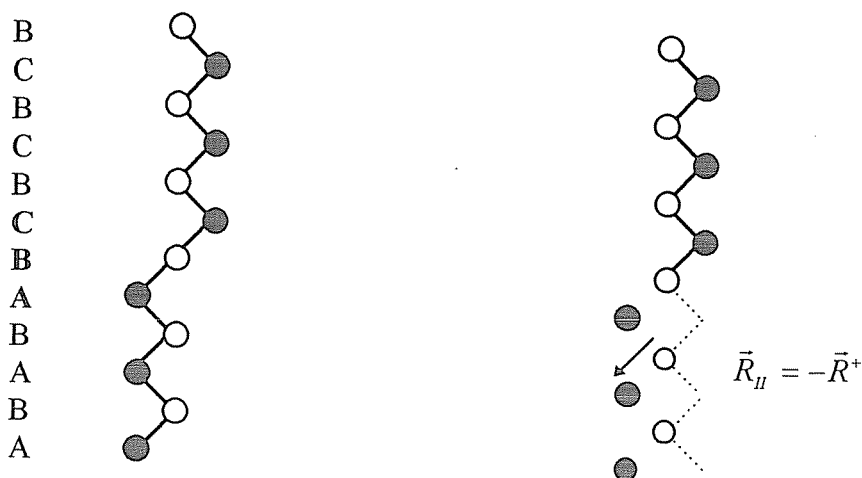
²No confundir esta dirección con la habitual $[0\bar{1}0]$. Esto puede inducir a error debido a que si se sigue el apilamiento a través de las esferas oscuras, únicamente, el apilamiento parece invertido.

³Por simplicidad, hemos considerado al plano de falla NB como $(\bar{1}28)$.

Figura 3.3: Determinación de los vectores desplazamiento de las fallas de apilamiento de plano basal en 2H. Debe seguirse la secuencia desde la parte superior (línea de trazos) a través del plano de falla y ver qué vector hay que desplazarla para que coincida con la distribución de los átomos.



falla cúbica I



falla cúbica II

Figura 3.4: a) Configuración de fallas en 18R, desde $[2\bar{1}0]$. Una falla basal hexagonal da origen a dos fallas no-basales: F_o y F_x en planos $(\bar{1}28)_{18R}$. b) Detalle de los dos planos basales seleccionados en a) que muestra el tipo de huecos y superposiciones que se generan en las fallas NB.

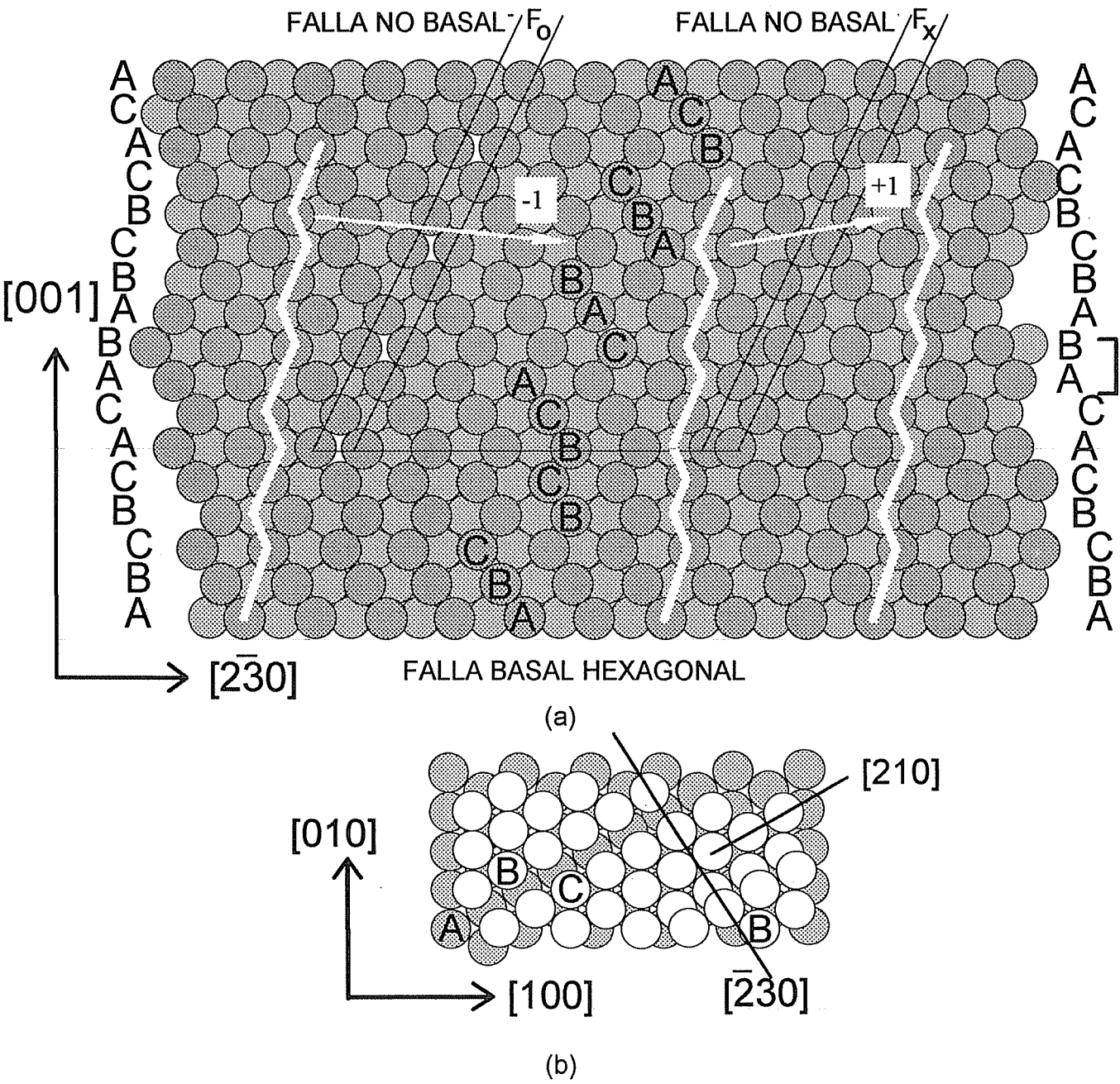
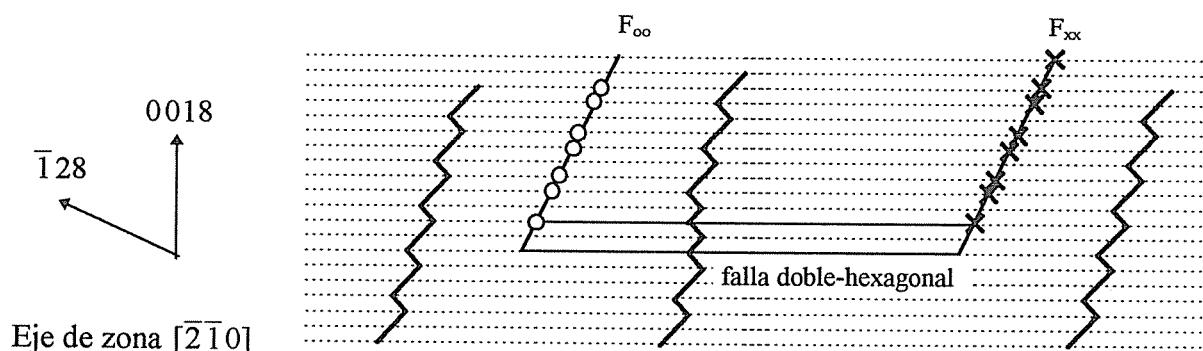


Figura 3.5: Configuración de fallas en 18R, desde $[2\bar{1}0]$. Una falla basal doble-hexagonal da origen a dos fallas no-basales: F_{oo} y F_{xx} .



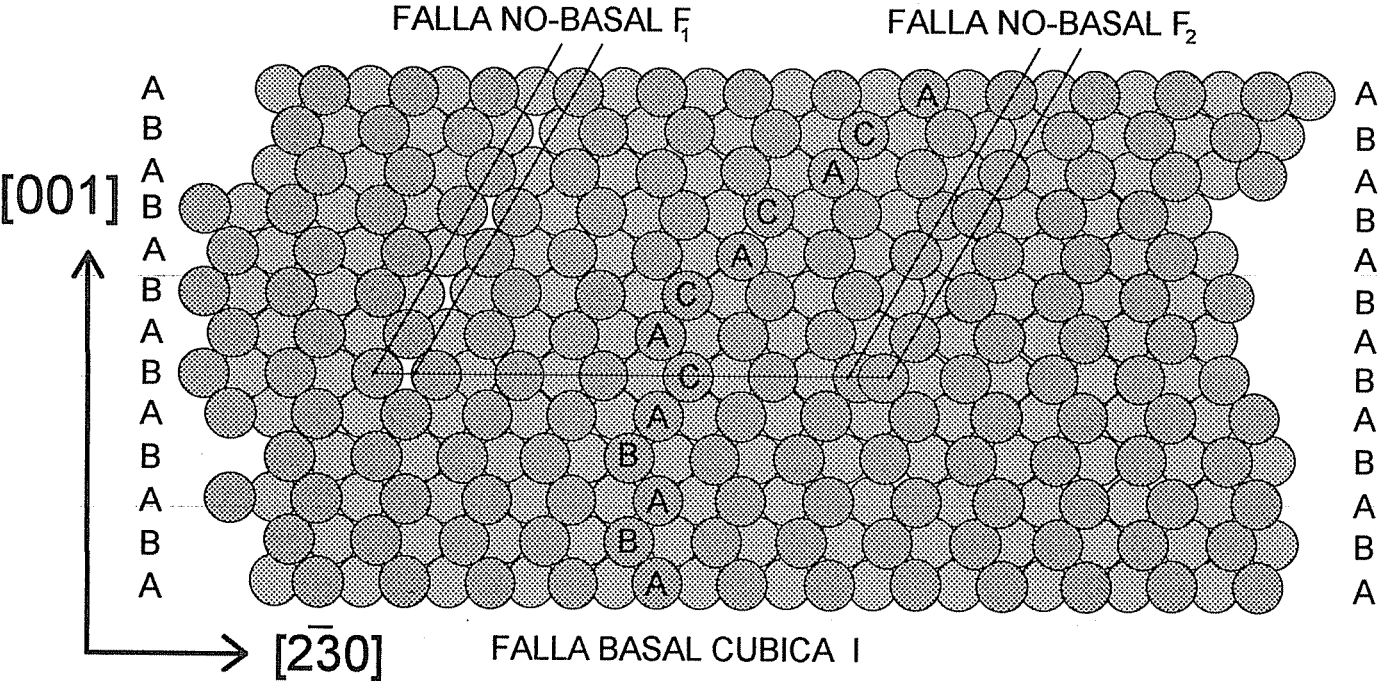
por cruces). En ese sentido es parecida a la falla F_x , pero a diferencia de ésta hay más planos que se superponen. De cada tres planos basales, dos se superponen. A esta falla la llamaremos F_{xx} . La falla NB que se indica a la izquierda está compuesta de huecos en dos de cada tres planos basales y la denominamos F_{oo} .

Del mismo modo podemos ver qué clase de defectos NB surgen de las fallas basales en la fase 2H. La figura 3.6 muestra la estructura 2H desde $[2\bar{1}0]$. La estructura presenta una falla cúbica I que da origen a dos fallas NB en planos $(\bar{1}21)_{2H}$. Hemos elegido este plano para poder comparar con las fallas NB en 18R. La distribución de huecos en la falla F_1 es de uno cada dos planos, en vez de uno cada tres como ocurre en 18R (fig. 3.4(a)). Lo mismo pasa para la distribución de superposiciones en la falla F_2 . La falla basal cúbica II también da origen al mismo tipo de fallas NB.

Las configuraciones atómicas en las fallas NB representadas en las figuras 3.4-3.6 surgen de considerar dos aspectos:

1. Según la teoría fenomenológica, durante la transformación martensítica los planos $(110)_\beta$ se transforman en planos compactos. Si mantienen su posición relativa como en la fase β , quedan encimados en posiciones inestables. Consideramos que pueden decaer únicamente a dos posiciones descartando otras que rompen el orden a primeros vecinos y las posiciones equivalentes más lejanas. Según el modelo de Ahlers [41] que establece el recorrido de los átomos, y que veremos en el último capítulo, esta premisa es válida.
2. Los átomos no migran durante la transformación, es decir que no se espera que las superposiciones se eliminen produciendo intersticiales.

Figura 3.6: Configuración de fallas en 2H desde $[2\bar{1}0]$. Una falla basal da origen a dos fallas no-basales: F_1 y F_2 en planos $(\bar{1}21)_{2H}$.



Estas dos premisas son necesarias para darle un carácter reversible a la re-transformación, de modo que las fallas desaparezcan sin dejar evidencia alguna.

En resumen, esperamos cuatro tipos de fallas NB en 18R: F_o , F_x , F_{oo} y F_{xx} . Las dos primeras pueden ser originadas por fallas basales simples, ya sea cúbicas o hexagonales, mientras que las otras dos son generadas por fallas basales dobles, tanto cúbicas como hexagonales. En 2H esperamos dos clases de fallas NB: F_1 y F_2 . Ambas pueden ser originadas por cualquiera de las dos fallas de plano basal, ya sea la cúbica I ó la cúbica II. Para identificar a una falla NB en 2H ó 18R por TEM, se puede identificar primero a la falla basal con la cual se conecta. De ese modo, se puede detectar a qué clase de falla NB corresponde.

En el caso de poder detectar directamente los apilamientos, como ocurre en HRTEM, se pueden observar las secuencias a cada lado de una falla NB. Como se indica en la figura 3.4(a), la secuencia a la derecha de F_x está desplazada un plano hacia arriba en la dirección $[001]$ (indicado por una flecha con la inscripción +1). En cambio, en una F_o pasa lo contrario. Gracias a esta característica es posible identificar a las fallas NB por HRTEM, sin necesidad de detectar su origen. No puede distinguirse por este método la diferencia entre una falla F_o y una F_{xx} debido a que producen el mismo desplazamiento. Tampoco se pueden diferenciar F_x de F_{oo} ni las fallas NB en la fase 2H.

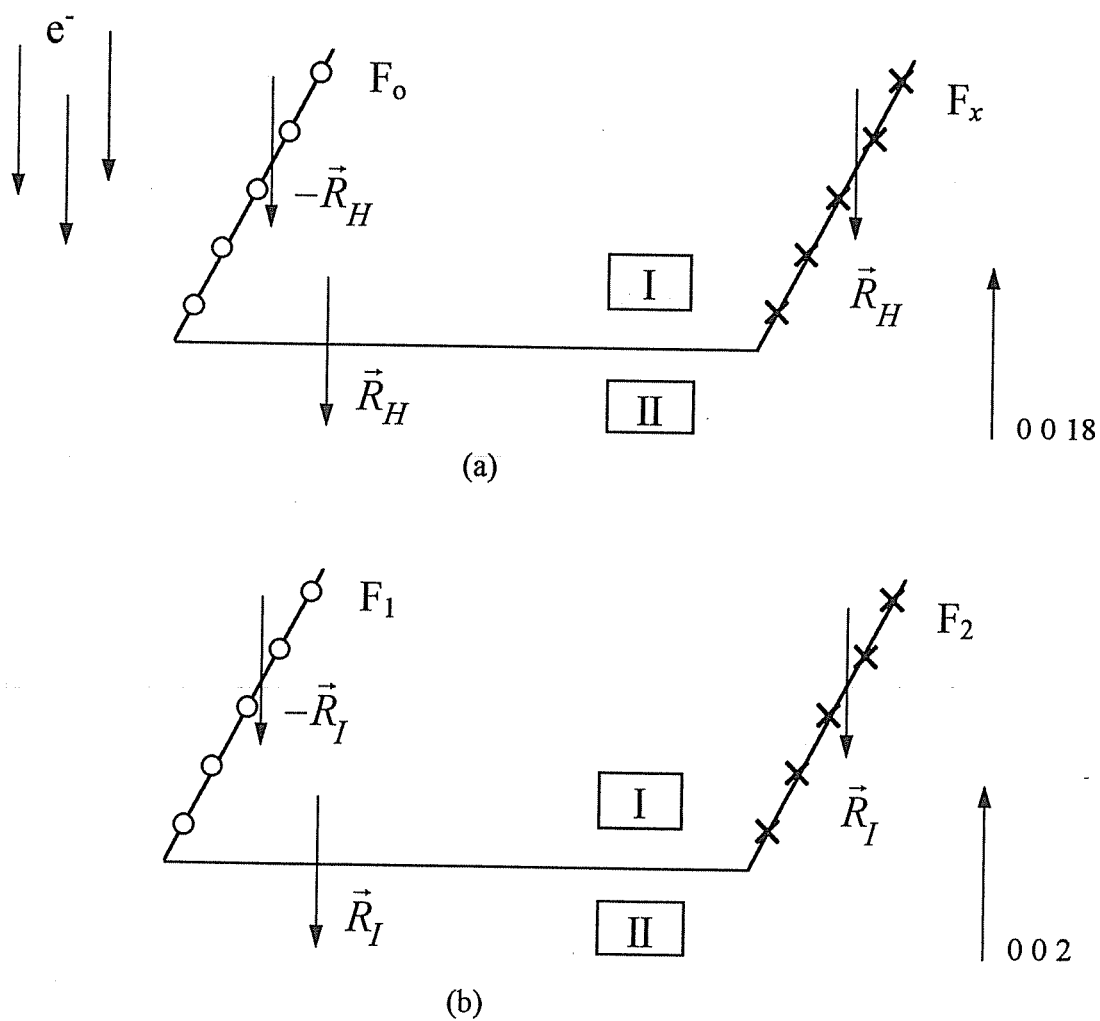
3.3 Vector desplazamiento de las fallas NB

En la figura 3.7(a) se esquematiza la configuración de fallas de 18R que muestra la figura 3.4(a). Tomando como referencia que los electrones inciden desde la dirección $[001]$ definimos los vectores de falla. El vector desplazamiento de la falla F_x debe coincidir con \vec{R}_H debido a que en ambas fallas los electrones cruzan de la parte I a la II. Para la F_o los electrones cruzan en sentido inverso, es decir, de la parte II a la I y por lo tanto el vector de falla debe ser $-\vec{R}_H$.

Para las fallas NB F_1 y F_2 de la fase 2H, el vector desplazamiento se indica en la figura 3.7(b). Tomaremos como convención que las fallas se encuentran en el plano $(\bar{1}21)_{2H}$; si este no es el caso, deben aplicarse las operaciones de simetría que las llevan a ese plano. El vector desplazamiento para F_1 debe ser $-\vec{R}_I$ y para F_2 debe ser \vec{R}_I .

Como conclusión, si los defectos NB quedan como en las figuras 3.4(a)-3.6, deben presentar el mismo contraste que las fallas basales (salvo el signo de α). Además, como los vectores de falla de F_1 y F_2 de la fase 2H son opuestos, deberían presentar contrastes opuestos. Es decir, bajo las mismas condiciones de difracción, una clase debería verse con bordes claros y la otra con bordes oscuros. El mismo comportamiento se espera de las fallas NB F_o y F_x en la fase 18R.

Figura 3.7: Vector desplazamiento que las fallas NB heredan de las fallas de basal. Esquema desde el eje de zona $[2\bar{1}0]$. a) Fallas en 18R. b) Fallas en 2H.



Capítulo 4

Método experimental

Para estudiar los defectos en las martensitas 2H y 18R, hemos observado las muestras por medio de un microscopio PHILIPS EM300 operando a 100 kV. Además hemos observado las muestras de 18R por medio de un microscopio PHILIPS CM200 (200 kV) que permite obtener también imágenes de HRTEM.

4.1 Aleaciones empleadas

Las muestras de martensita fueron obtenidas de monocristales de Cu-Zn-Al con las siguientes características:

Aleación 1 utilizada para obtener 18R

Composición: 69.6 at% Cu - 12.8 at% Zn - 17.6 at% Al

concentración electrónica: $e/a = 1.48$

$M_s = 323$ K

Aleación utilizada para obtener 2H

Aleación P [6]:

Composición: 70.3 at% Cu - 6.4 at% Zn - 23.3 at% Al

concentración electrónica: $e/a = 1.53$

$M_s = 286$ K [7]

A altas temperaturas las aleaciones se encuentran en la fase β o austenita. Al templar se transforman martensíticamente a partir de la temperatura M_s . Según la concentración electrónica de la aleación, la fase β se transforma a 18R ($e/a \sim 1.48$) ó 2H ($e/a > 1.52$). La composición se elige en función de la M_s deseada.

Para la concentración electrónica cercana a 1.48, la fase β es estable a bajas temperaturas (ver figura 2.14). Gracias a esta propiedad se minimiza la posibilidad de que el material se descomponga en otras fases antes de la transformación

martensítica. Para esta composición electrónica, la estabilidad de la fase β es tal que para obtener la 18R se puede enfriar en aire sin necesidad de templar el material.

4.2 Fabricación de los monocristales

Los monocristales de la aleación 1 fueron obtenidos por M. Sade. A partir de la aleación se creció un monocristal de β por el método de Bridgman. Una vez crecido, el monocristal fue homogeneizado a 1073 K durante 2 hs y enfriado en aire a 343 K. A esta temperatura se lo dejó 3 hs para permitir el ordenamiento de la aleación y la aniquilación de vacancias en exceso. Luego, el monocristal de martensita fue inducido por tensión mecánica a 343 K en una máquina tipo Instron, y enfriado a temperatura ambiente antes de remover la carga.

Los monocristales de β para obtener 2H fueron fabricados por J.L. Pelegrina [6], crecidos del mismo modo que los de la aleación 1. Una vez homogeneizado cada monocristal a 1073 K, la aleación fue templada en agua a una temperatura por encima de M_s para permitir el ordenamiento de la aleación y la aniquilación de vacancias en exceso. A diferencia de la 18R, la 2H fue inducida por temperatura, lo que genera diferentes variantes.

4.3 Preparación de muestras para TEM

4.3.1 Orientación por Rayos-X

Hemos orientado las muestras monocristalinas, por medio del método de Laue de retro-reflexión de Rayos-X. Por este método se hace incidir un haz de radiación blanca sobre el cristal fijo[42].

FASE 2H

Como la fase 2H es polivariante, sólo aquellas variantes cuyo plano de macla es próximo a la superficie de la muestra presentan una amplia zona de observación por TEM. El plano de macla es tipo $\{121\}_{2H}$ que proviene de un plano tipo $\{110\}_\beta$. Para estar seguros de que algún conjunto de maclas presente esta característica, hemos orientado algunas muestras en la fase β , antes de inducir la transformación martensítica, para obtener cortes paralelos a un plano $\{110\}_\beta$.

FASE 18R

Debido a la complejidad de la estructura 18R sólo es posible orientar con precisión el plano basal. La figura 4.1(a) muestra el patrón de rayos-X corres-

pendiente a este plano. Todos los puntos que pertenecen a una misma línea corresponden a un mismo eje de zona. La muestra de martensita posee forma cilíndrica de ~ 5 mm de diámetro y ~ 10 cm de largo. El eje tensil coincide con el eje de la muestra. En la figura 4.1(b) proyectamos la orientación del “clavo” de martensita, que se corresponde con el inciso (a) de la misma figura.

Para obtener la proyección de la figura 4.1(b) centramos el plano basal en la figura 1.6. Luego rotamos la proyección de modo que las líneas de trazos coincidan con las líneas del patrón y el eje tensil se ubicara dentro del triángulo especificado. A partir de esta correspondencia, deducimos que para obtener muestras con caras perpendiculares al eje de zona [210] debemos cortar a lo largo de la línea B.

Una vez ubicado el plano basal y las direcciones en él, se puede determinar cualquier dirección sabiendo la orientación relativa.

4.3.2 Cortes del material y pulido mecánico

Cortamos las muestras con caras paralelas a diferentes planos cristalográficos por medio de una sierra de diamante de baja velocidad. La separación de los cortes fue de 0.8 mm para evitar deformaciones ya que se pierden alrededor de 0.3 mm por corte.

Antes de adelgazar los cortes, les dimos la forma circular de 3 mm de diámetro para que entren en el portamuestras del microscopio. Una vez obtenidos los discos, les pulimos las caras con papel de lija 600.

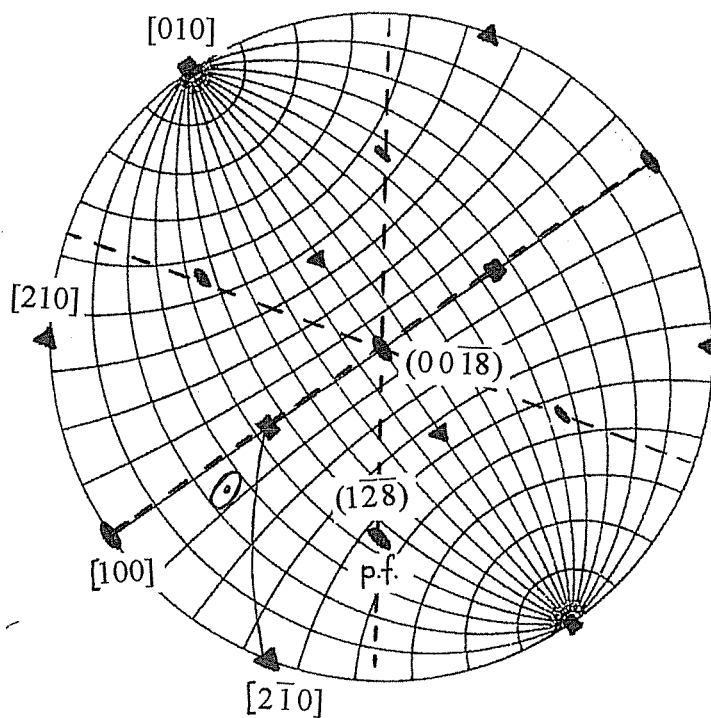
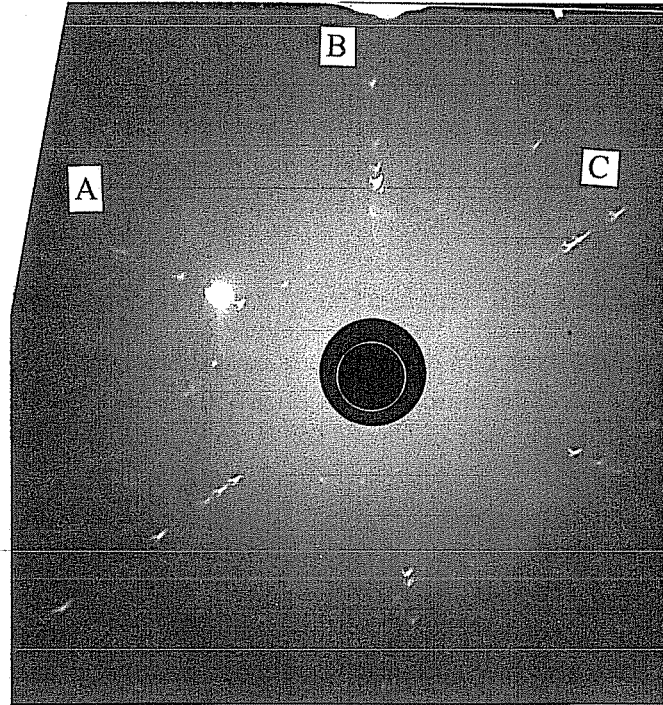
Para el microscopio EM300 es necesario reducir las muestras a un espesor de 300 μm . Para el CM200 se requiere un espesor máximo de 200 μm . Para adelgazar las muestras a este espesor las pegamos con laca especial (Microshield Stop-Off lacquer de Tolber Division) sobre un soporte de vidrio, previamente limpiado con alcohol. Pegamos además, cuatro guías del *mismo material* en los extremos y dejamos secar un día.

Adelgazamos los cortes por medio de un pulido mecánico en una máquina de plato circular utilizando lija 400 y 600 bajo un flujo continuo de agua fría. Durante el pulido controlamos el espesor por medio de un perfilómetro y reducimos hasta 250 μm . Si bien para el portamuestra del microscopio CM200 el espesor máximo es de 200 μm , dejamos un margen para el pulido siguiente. Finalizado el proceso de adelgazamiento de las muestras las despegamos del soporte por medio del removedor de laca.

4.3.3 Pulido electroquímico de las muestras

Para adelgazar las muestras a espesores tales que los electrones puedan atravesar el material (< 1000 Å) se procede con un pulido electroquímico lento y controlado. El pulido se lleva a cabo por medio de dos flujos de electrolito que impactan uno

Figura 4.1: Determinación de los cortes en un monocristal de martensita 18R inducido por tensión mecánica. a) Patrón de rayos-X. b) Proyección estereográfica del cristal en correspondencia con el patrón en (a) donde se indica además el eje tensil de la muestra (óvalo). Los R-X inciden en la dirección perpendicular al papel y hacia adentro.



en cada cara del disco. Conectando el polo positivo a la muestra se logra un ataque del disco, y controlando la posición de los flujos se rebaja gradualmente la muestra desde el extremo hacia el centro, hasta perforarla. De ese modo es posible observarla en el borde delgado. Para obtener amplias zonas de observación es necesario que en el borde del hueco el espesor aumente lo más suave posible.

Para obtener muestras con estas características usamos dos electrolitos cuyas fórmulas se detallan en la tabla 4.1. La tensión del primer pulido con el electrolito 1 es de 4.5 V y la del segundo con el electrolito 2 es de 1.3 V (+ a la muestra). El segundo pulido es más lento que el primero, permite agrandar la zona de observación y le da un pulido más fino a la muestra. En general las corrientes observadas en el primer pulido fueron de 35 mA y en el segundo de 0.7 mA.

El primer pulido lo realizamos por medio de un equipo de “doble-jet” dando vuelta la muestra cada 1 min ó 30 s según el espesor. Se la da vuelta para que el pulido sea parejo de los dos lados. De ese modo, la muestra se pule hasta que en algún punto se forma un orificio con una amplia zona para observar alrededor. Llegado ese momento, detenemos el proceso y lavamos inmediatamente en agua destilada en cinco baños consecutivos, sin agitarla para no destruir la lámina delgada. Para secarla no la soltamos de la pinza, la mantuvimos elevada y fuimos absorbiendo el agua por medio de tiritas de papel secante.

El segundo pulido lo realizamos en un baño de inmersión en el electrolito 2 por un tiempo no menor a 12 min (no es lo mismo dos pulidos de 6 min a uno de 12). Dado que la tensión de este segundo pulido es muy baja y crítica, la fuimos controlando por medio de un multímetro. Si nos excedemos en tensión el pulido es poceado y se detecta por pequeños hilos de burbujas en el electrolito.

Tabla 4.1 Electrolitos usados para los pulidos de las aleaciones de CuZnAl.

Electrolito 1:

250 ml ácido fosfórico
 250 ml alcohol etílico
 50 ml alcohol propílico
 5 gr urea
 500 ml agua destilada

Electrolito 2:

Acido fosfórico saturado con trióxido crómico

4.4 Constantes elásticas del material

Para describir el comportamiento elástico de la estructura monoclinica 18R se necesitan 13 constantes elásticas [36] que fueron medidas por [43]. Tomando el sistema de referencia ortonormal X, Y, Z de la figura 1.4(b), los valores de las constantes elásticas en GPa son:

$$C = \begin{pmatrix} 175 & 118 & 40 & 10 & & \\ & 156 & 150 & 0 & & \\ & & 235 & 0 & & \\ & & & 54 & -10 & \\ & & & & 28 & \\ & & & & & 48 \end{pmatrix} \quad (4.1)$$

La matriz C es simétrica y especificamos sólo la mitad superior. Indicamos los elementos propios de la estructura monoclinica. El resto son estrictamente nulos.

Debido a que la fase 2H posee simetría ortorrómbica, los elementos C_{15} , C_{25} , C_{35} y C_{46} deben ser estrictamente nulos. Como en la fase 18R estos elementos son nulos o muy pequeños, hemos considerado que el resto de las constantes elásticas valen para la fase 2H.

Capítulo 5

Análisis de las fallas NB en 2H

5.1 Vector desplazamiento

En la figura 5.1 presentamos la proyección estereográfica correspondiente a la fase 2H donde se indican los ejes de zona desde los cuales estudiamos las fallas. Tomamos como convención que las fallas están vistas “desde arriba” cuando se las observa desde $[001]$. El plano de falla NB indicado es el $(\bar{2}31)$ como hemos determinado en [16].

En la figura 5.2 se muestra un conjunto de fallas de $2H^1$ observado desde $[\bar{2}\bar{1}4]$ con $\vec{g} = \bar{1}2\bar{1}$. En esta imagen podemos observar que las dos fallas basales presentan diferentes contrastes. Debido a la orientación de la muestra (ver fig. 5.1), sabemos que estamos observando a las fallas basales y a las fallas NB “desde arriba”. Las fallas basales que presentan bordes claros corresponden a la cúbica I debido a que $\alpha = (\bar{1}2\bar{1}) \cdot \vec{R}_I \equiv 0.16 - \rho > 0$ (ec. 3.5). Las fallas basales que presentan bordes oscuros corresponden a la falla cúbica II cuyo vector desplazamiento es el opuesto.

Por su parte, las fallas NB en la figura 5.2 también presentan un contraste de franjas. Si bien no se las puede considerar estrictamente como fallas de apilamiento, debido a que no se encuentran en un plano compacto de la estructura, podemos igual determinar el desplazamiento de las partes analizando el contraste de las franjas.

Habiendo identificado a las fallas basales, podemos determinar a qué clase de fallas corresponden las NB. Identificamos a F_1 y F_2 como se indica la figura 5.2. Según el análisis en el Capítulo 3, el contraste producido por la falla F_2 debería coincidir con el de la falla basal que se conecta en la parte superior, debido a que los electrones las cruzan en el mismo sentido. Sin embargo esto no sucede:

¹El análisis de las trazas de los planos de fallas de esta imagen puede encontrarse en [16].

Figura 5.1: Proyecciones estereográficas de la estructura 2H donde se indican los ejes de zona observados y los planos de falla.

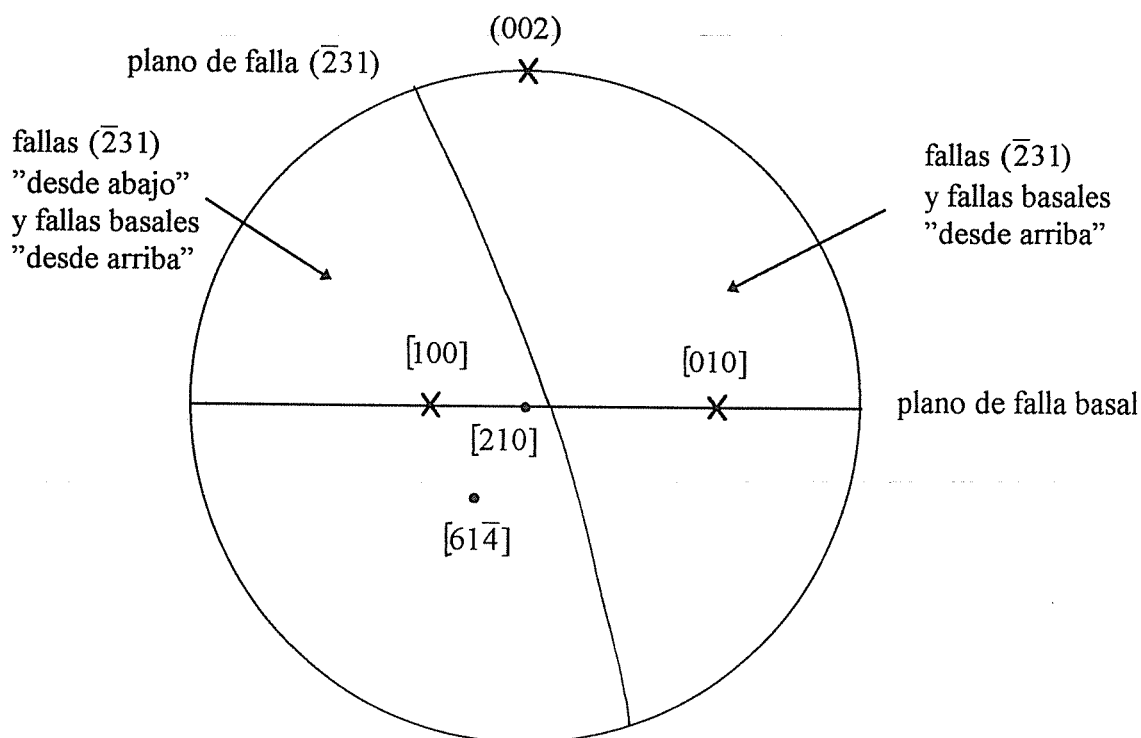
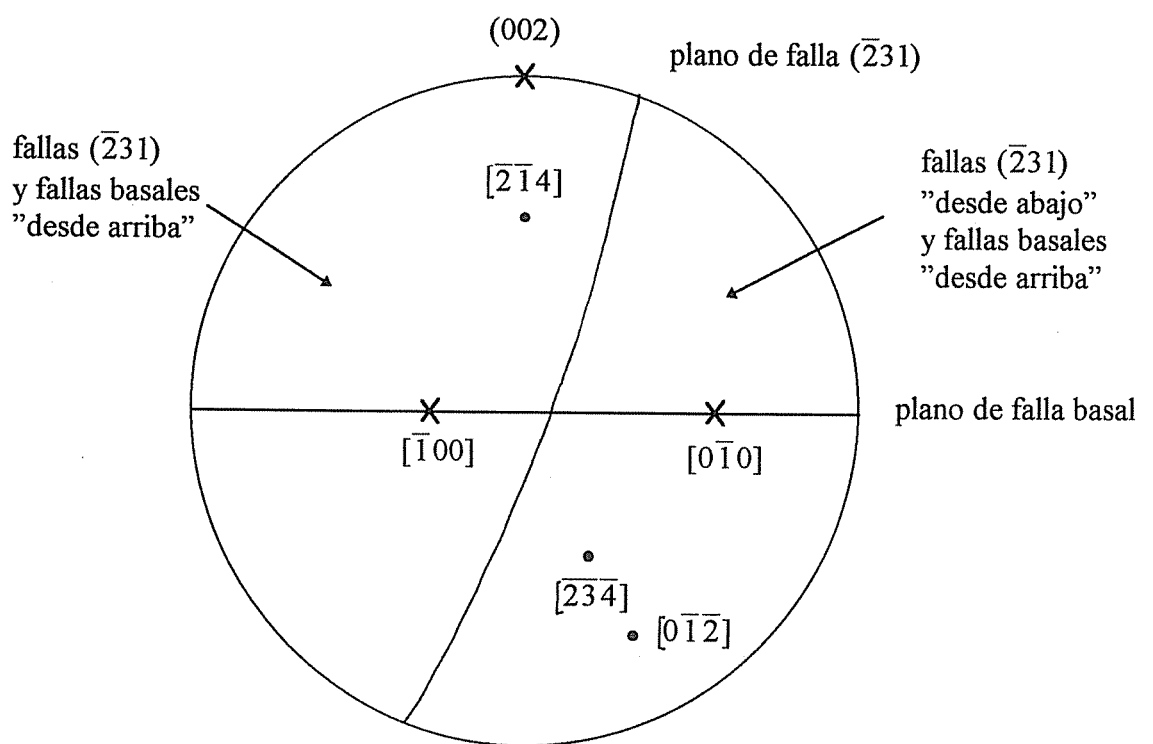


Figura 5.2: Fallas en martensita 2H. Las fallas de apilamiento de plano basal son cúbicas tipo I ó II. Las fallas no-basales son F_1 ó F_2 .

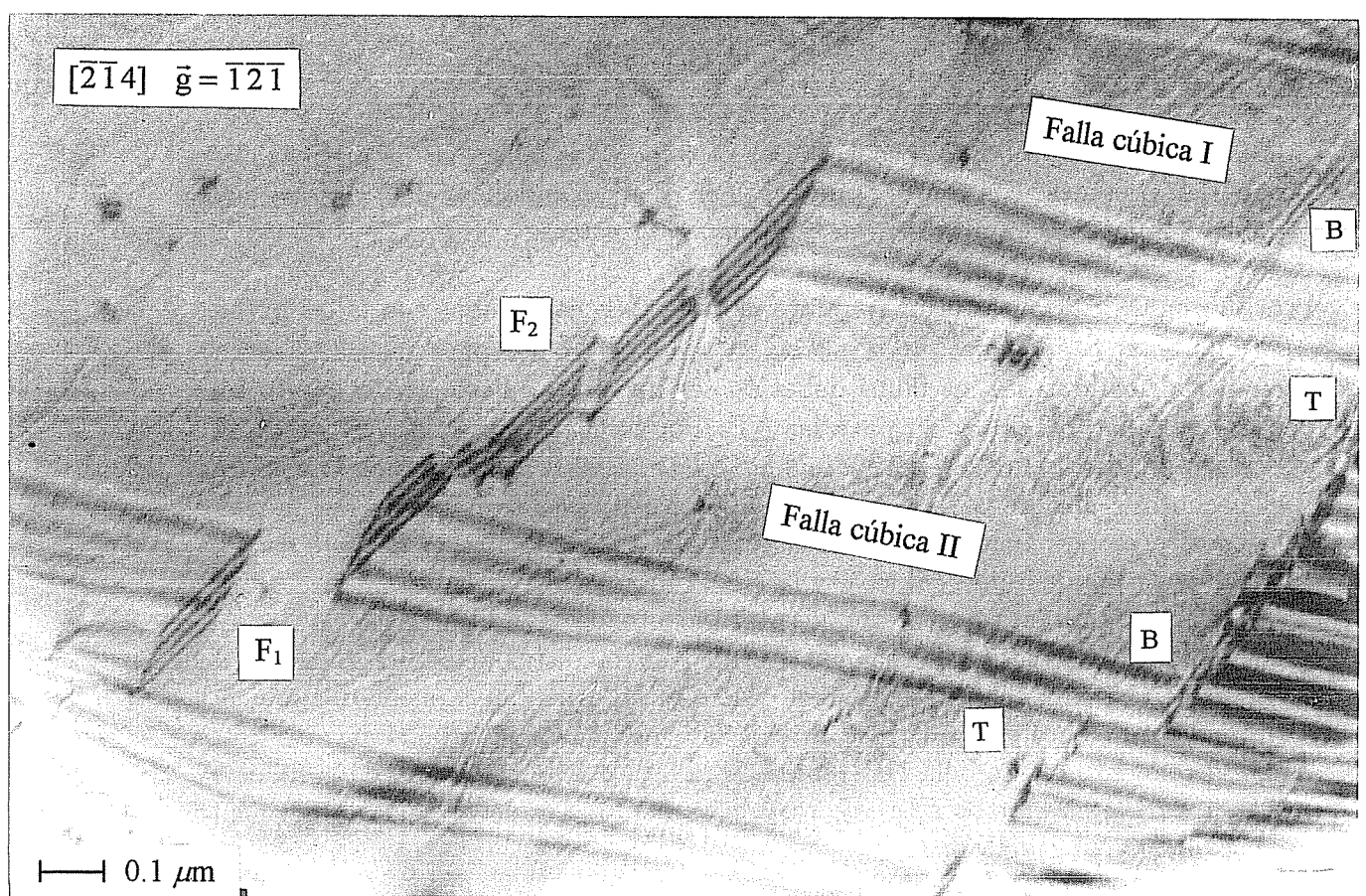
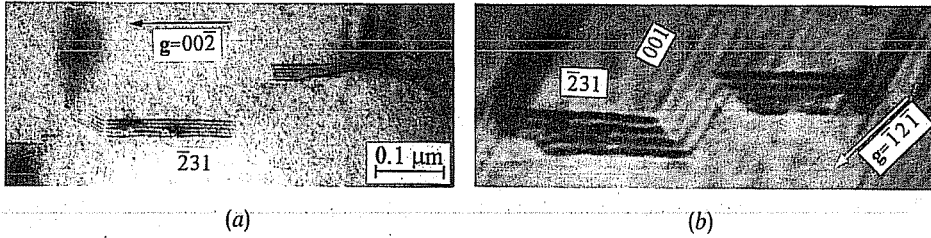


Figura 5.3: Fallas basales y $(\bar{2}31)$ en dos condiciones de difracción. a) $\vec{g} = 00\bar{2}$ desde $[210]$. Las fallas no-basales aún producen contraste. b) Mismas fallas desde la dirección $[61\bar{4}]$.



la falla F_2 presenta bordes oscuros. Por otro lado, las fallas NB de distinta clase deberían presentar contrastes opuestos. Pero comparando las fallas F_1 y F_2 en la figura 5.2 notamos que presentan el *mismo contraste*.

La figura 5.3 muestra un conjunto de fallas NB conectadas con fallas basales en diferentes condiciones de difracción. Usando $\vec{g} = 00\bar{2}$ para \vec{R}_I y \vec{R}_{II} resulta $\alpha = 0$ y por lo tanto las fallas deberían ser invisibles. Pero esto es cierto sólo para las fallas basales y no para las NB. Por lo tanto *las fallas NB poseen un vector desplazamiento diferente al de las fallas basales*. Esto también lo confirma el hecho que al observarlas con $\vec{g} = \bar{1}2\bar{1}$ el contraste se invierte (fig. 5.3(b)): la basal presenta cinco franjas negras y la NB presenta cuatro. En este caso, la basal corresponde a una cúbica I y la NB a una F_2 .

La diferencia entre el vector desplazamiento de las fallas basales y las NB conectadas entre sí, puede tener su origen en la distribución irregular de los átomos en las fallas NB. Un rearrreglo atómico en estas fallas puede dar origen a un desplazamiento extra de las partes. Esta relajación se debe sumar al vector desplazamiento que la falla NB hereda de la basal. A la relajación de las fallas F_1 y F_2 las denominaremos $\vec{\varepsilon}_1$ y $\vec{\varepsilon}_2$, respectivamente. Los vectores desplazamiento de las fallas NB resultan:

$$\begin{aligned} F_1 &: \vec{R} = -\vec{R}_I + \vec{\varepsilon}_1, \\ F_2 &: \vec{R} = \vec{R}_I + \vec{\varepsilon}_2, \end{aligned} \quad (5.1)$$

donde $\vec{R}_I = \frac{1}{6}[233] + \rho[100]$ es el vector desplazamiento de la falla basal cúbica I.

En la figura 5.4 se muestra una configuración de fallas observada con $\vec{g} = \bar{1}2\bar{1}$ desde $[61\bar{4}]$. La falla basal corresponde a una cúbica I y las NB corresponden a una F_1 y a una F_2 . De nuevo, los contrastes que originan las dos clases de fallas NB son los mismos. En general observamos que *en todas las condiciones de difracción*

las fallas F_1 y F_2 presentan el mismo contraste. Es decir que los vectores desplazamiento de las dos fallas son iguales y podemos igualar las expresiones 5.1, de donde resulta:

$$\vec{\varepsilon}_1 = \vec{\varepsilon}_2 - \left(\frac{1}{3} - 2\rho\right)[100] + \vec{r}, \quad (5.2)$$

donde \vec{r} es un vector de traslación de la estructura básica (ignorando el orden).

Analizaremos el contraste que presenta la falla F_2 . La figura 5.5 muestra tres imágenes de fallas basales y NB en diferentes condiciones de difracción. La primera imagen corresponde a un detalle de la figura 5.4. Las imágenes de la figura 5.5(b) y (c) corresponden a otro sistema de fallas vistas desde $[234]$ y $[012]$, respectivamente. En este nuevo sistema, las fallas basales y las NB están vistas “desde abajo”. Por el contraste de la falla basal se trata de una falla cúbica I, y por la configuración entre fallas deducimos que la NB es una F_2 (figs. 5.1 y 3.6).

En la tabla 5.1 se resume el contraste que presentan las fallas F_2 en diferentes condiciones de difracción.

Tabla 5.1 Contraste de las fallas F_2 para el \vec{g} indicado en la primera columna. A partir del eje de zona se deduce de qué lado se están observando las fallas NB en el plano $(\bar{2}31)_{2H}$. El contraste se especifica por: osc.= bordes oscuros, cl.= bordes claros y vis.= falla visible.

\vec{g}	Eje de zona	F_2
$12\bar{1}$	$[2\bar{1}4]$ (NB “desde arriba”)	osc.
$00\bar{2}$	$[210]$	vis.
$\bar{1}2\bar{1}$	$[61\bar{4}]$ (NB “desde abajo”)	cl.
$\bar{2}01$	$[234]$ (NB “desde abajo”)	osc.
$\bar{2}00$	$[012]$ (NB “desde abajo”)	cl.

La solución para $\vec{\varepsilon}_2$ la hemos hallado numéricamente. Encontramos varias soluciones de vectores que satisfacen las condiciones de la tabla 5.1. Notamos que las diferentes soluciones están relacionadas entre sí por vectores de orden de la estructura. Esto se debe a que analizamos el contraste únicamente con vectores de difracción producidos por la estructura cristalina y no por el orden atómico. Al no detectar el orden, los vectores de orden se transforman en vectores de traslación de la red. Es debido a ello y a que los vectores desplazamiento de las fallas siempre quedan indeterminados por un vector de traslación, que encontramos varias soluciones.

La solución encontrada para la relajación de F_2 está dada por:

$$\vec{\varepsilon}_2 = (0.28 \pm 0.02)[100] - (0.03 \pm 0.02)[010] + (0.16 \pm 0.03)[001] + \vec{r}, \quad (5.3)$$

Figura 5.4: Fallas de apilamiento de plano basal y fallas NB en martensita 2H.

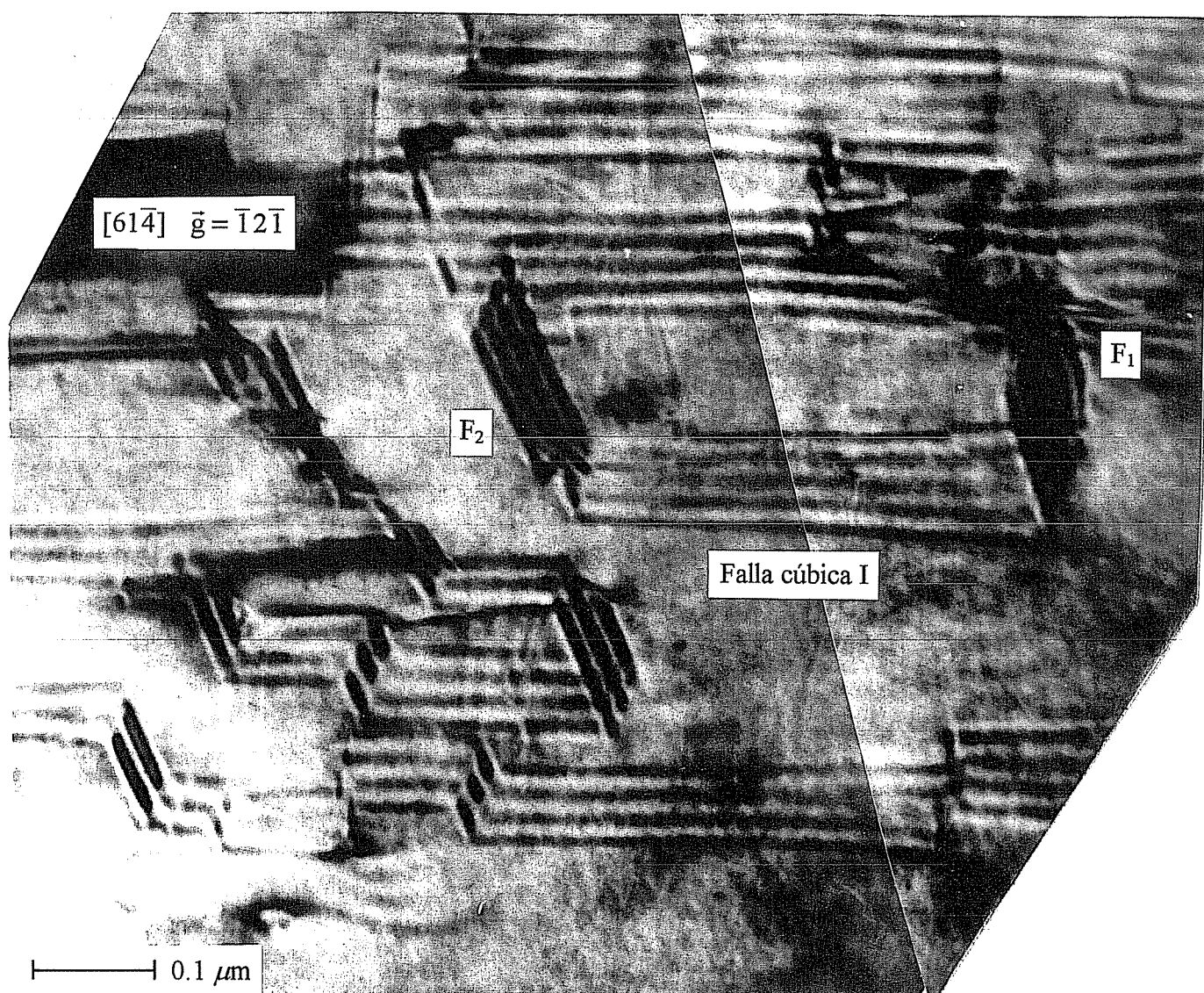
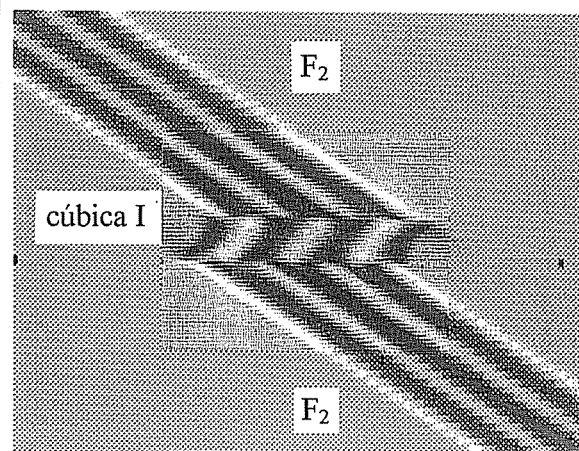
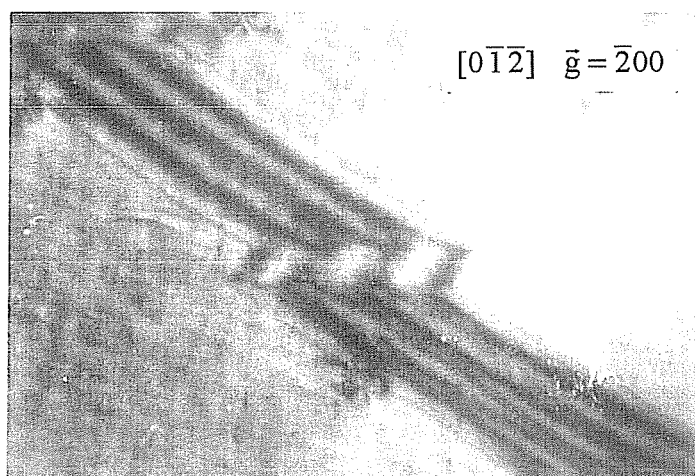
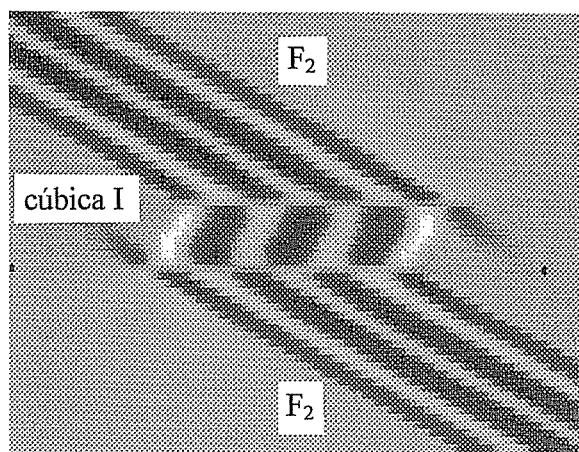
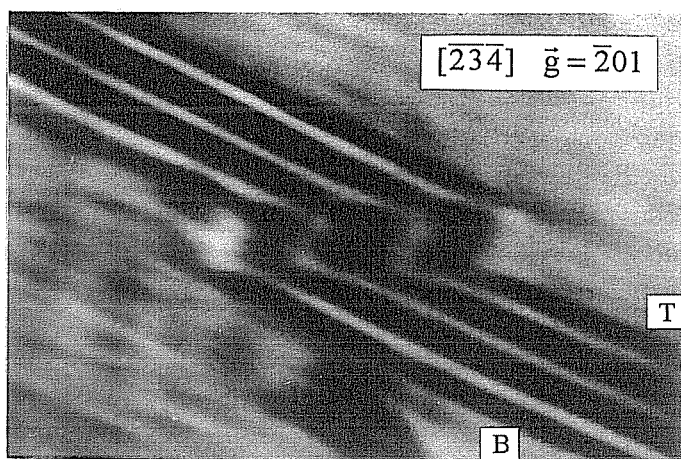
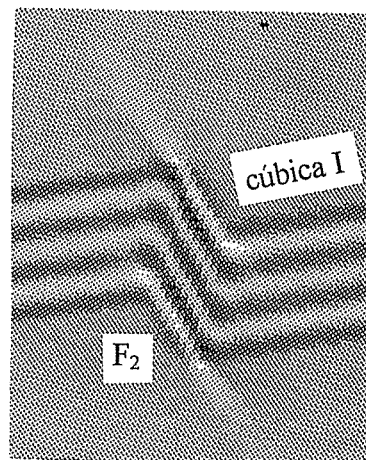
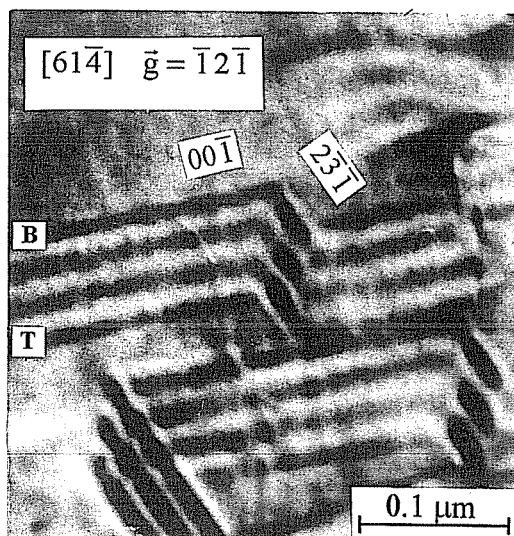


Figura 5.5: Imágenes de varias configuraciones de fallas donde aparece F_2 en diferentes condiciones de difracción. En las simulaciones correspondientes hemos considerado las dislocaciones intermedias.



donde \vec{r} es un vector de orden o de traslación de la fase 2H. Analizando el contraste de las fallas, no se puede llegar más lejos, debido a que es muy difícil obtener imágenes en condición de dos haces con vectores de superestructura. Debido a esto no podemos determinar el valor de \vec{r} por este método.

Reemplazando el valor de $\vec{\varepsilon}_2$ en la ecuación 5.2 y considerando $\rho = 0.04$ [16], obtenemos:

$$\vec{\varepsilon}_1 = 0.03[100] - 0.03[010] + 0.16[001] + \vec{r}. \quad (5.4)$$

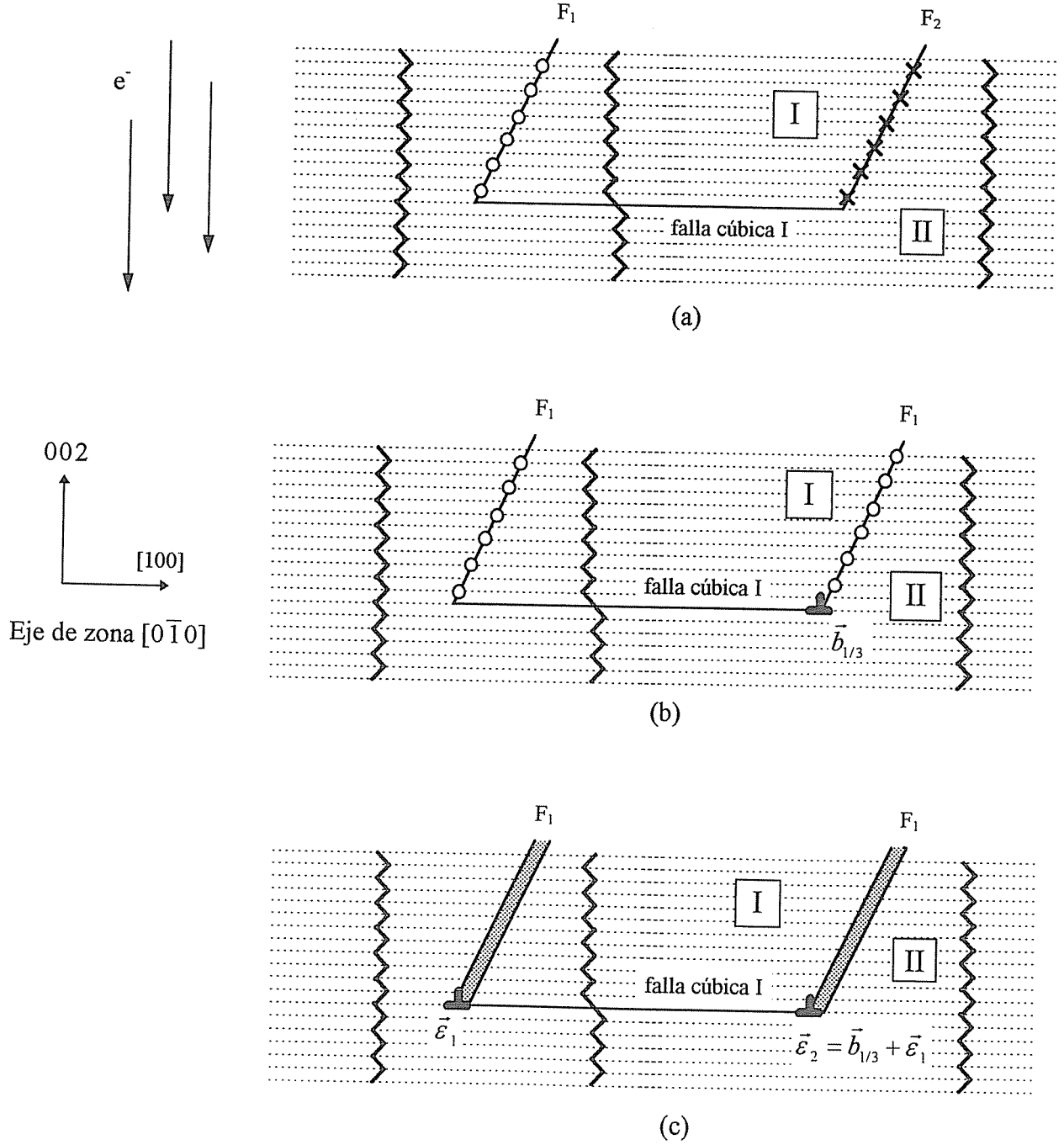
La componente en $[001]$ es la que produce el contraste cuando se observa con $\vec{g} = 002$.

Como la relajación indica la diferencia entre los vectores desplazamiento de las fallas basales y las NB, se deben formar dislocaciones parciales en la intersección de las fallas, que absorban la diferencia.

Interpretaremos el valor de la relajación. Recordemos que F_2 corresponde a la falla en la cual los átomos se superponen y que esta relajación se aplica a una falla en un plano $(\bar{2}31)_{2H}$ vista “desde arriba”, como se grafica en la figura 5.6(a). Si \vec{r} es nulo, la componente de $\vec{\varepsilon}_2$ en $[100]$ es cercana a $1/3$ y positiva. Es decir que la parte II se desplaza $\sim 1/3[100]$. Esto puede interpretarse como una separación de las partes en el plano de falla F_2 . Con este desplazamiento, la superposición de átomos desaparece si recordamos que el tamaño de las superposiciones y huecos era cercana a $1/3[100]$. Pero al separar las partes, los planos basales que eran continuos se ahuecan. De ese modo la falla F_2 se convierte en una F_1 . Es decir que podemos pensar a la relajación de F_2 en dos partes, la primera vale $b_{1/3}$ (ec. 1.12) y transforma a F_2 en F_1 (ver fig. 5.6(b)); la segunda vale $\vec{\varepsilon}_1$ y es la misma para las dos fallas. En la figura 5.6(c) se grafica cómo queda el sistema después de relajar y se indican las dislocaciones parciales que aparecen debido a la relajación atómica en las fallas NB.

Observando la figura 3.6 podemos comparar las secuencias a cada lado de una falla NB. Como hemos mencionado en el Capítulo 3, si no se detecta el origen de una falla NB en 2H, no puede determinarse de qué clase de falla se trata debido a que el desfase de los apilamientos es el mismo. Es decir que las partes que se pegan en las fallas son idénticas, y por ende deberían adherirse de la misma manera. Esto explica por qué todas las fallas NB producen el mismo contraste, independientemente de la clase a la cual pertenecen. Como conclusión tenemos que sólo aparecen fallas F_1 , pero con diferentes dislocaciones parciales en sus extremos, dependiendo de la configuración que formen con las fallas basales contiguas.

Figura 5.6: a) Esquema de la configuración de fallas en 2H sin considerar la relajación. b) La primera parte de la relajación en F_2 la transforma en F_1 apareciendo una dislocación de $\sim 1/3[100]$ en la intersección. c) Fallas NB y dislocaciones teniendo en cuenta la relajación.



5.2 Dislocaciones parciales asociadas a las fallas NB

En la sección anterior hemos determinado la relajación en las fallas NB, pero ésta ha quedado indeterminada por un vector de orden \vec{r} . Para determinar el valor de \vec{r} es necesario analizar las dislocaciones parciales en la intersección de las fallas NB con las fallas basales.

Vimos que sin el vector \vec{r} la solución tiene sentido físico debido a que elimina la superposición en las fallas F_2 . Sin embargo, una componente según el vector de orden $1/4[210]$ no alteraría mucho el resultado debido a que es casi paralelo al plano de falla. Consideraremos tres casos: $\vec{r} = 0$, $\vec{r} = 1/4[210]$ y $\vec{r} = -1/4[210]$.

En la figura 5.5 mostramos las simulaciones correspondientes a cada caso para la dislocación:

$$\vec{r} = -\frac{1}{4}[210]. \quad (5.5)$$

Encontramos que este \vec{r} es el único de los tres que brinda el contraste adecuado en todas las imágenes.

A partir del resultado 5.5 obtenemos que la relajación en las fallas F_1 de 2H (ec. 5.4) está dada por:

$$\vec{\varepsilon}_1 = -0.47[100] - 0.28[010] + 0.16[001]. \quad (5.6)$$

El vector desplazamiento de las fallas NB en 2H lo obtenemos reemplazando 5.5 en 5.4 ó 5.3 y éstas en 5.1, resultando:

$$\vec{R} = 0.15[100] + 0.22[010] - 0.34[001]. \quad (5.7)$$

En resumen, las fallas NB en la estructura 2H poseen el vector desplazamiento indicado en la ecuación 5.7 con dos posibles dislocaciones en los extremos: $\vec{\varepsilon}_1$ (ec. 5.6) ó $\vec{\varepsilon}_1 + \vec{b}_{1/3}$, siendo $|\vec{\varepsilon}_1 + \vec{b}_{1/3}| < |\vec{\varepsilon}_1|$.

NOTA: En la tabla 5.2 mostramos el producto escalar $\vec{g} \cdot \vec{r}$. Un valor de $\vec{g} \cdot \vec{r} = 0$ indica que la imagen no se altera considerablemente por la presencia del término \vec{r} en el vector de Burgers de la dislocación. Observamos que para $\vec{g} = \bar{1}2\bar{1}$ la imagen es similar en cualquiera de los tres casos. Es debido a este hecho que la simulación de la figura 5.5(a) aún concuerda considerando \vec{r} nulo, como en [28] donde sólo estudiamos el contraste de las fallas.

Tabla 5.2 Valores de $\vec{g} \cdot \vec{r}$ para los diferentes \vec{r} en cada condición de difracción.

	$\vec{r} = 0$	$\vec{r} = 1/4[210]$	$\vec{r} = -1/4[210]$
$\vec{g} = \overline{121}$	0	-1	1
$\vec{g} = \overline{12\overline{1}}$	0	0	0
$\vec{g} = \overline{201}$	0	-1	1
$\vec{g} = \overline{200}$	0	-1	1

Capítulo 6

Análisis del vector desplazamiento de las fallas NB en 18R

6.1 Configuraciones de fallas

En base a los resultados encontrados para el vector desplazamiento de las fallas NB en la fase 2H, propondremos un modelo para la cristalografía de las configuraciones de fallas en 18R. De ese modo reduciremos el problema de cuatro clases de fallas NB, que son F_o , F_x , F_{oo} y F_{xx} a sólo dos de ellas.

Las fallas NB presentes en martensita 18R yacen sobre el material con alta densidad de fallas de apilamiento de plano basal y, como veremos, cristalográficamente las fallas de apilamiento pueden formar varias configuraciones con una falla NB. Analizaremos las configuraciones desde la dirección $[2\bar{1}0]$ como en la figura 3.4(a) y consideraremos que todas las fallas basales son hexagonales. El efecto de una falla cúbica es equivalente al de una hexagonal adecuadamente ubicada.

Supongamos que vamos apilando más planos compactos, a partir de la figura 3.4(a). Si la F_x es interceptada por una falla de apilamiento desde la derecha, entonces las secuencias a los costados de la NB se tornan iguales, por lo tanto la NB desaparece (fig. 6.1(a)). Lo mismo ocurre si F_o es interceptada por una falla hexagonal desde la izquierda (fig. 6.1(b)). Las cruces en la figura 6.1(a) indican superposiciones de átomos y los círculos en la figura 6.1(b) indican huecos.

Por el contrario, si una F_x es interceptada por una hexagonal desde la izquierda los apilamientos a los costados siguen sin coincidir pero en forma diferente: a la derecha la secuencia pasa de estar desplazada (+1) a (-1) (fig. 6.1(c)). Si no se permiten relajaciones atómicas, la distribución de los átomos corresponde a superposiciones en dos de cada tres planos dando origen a la misma falla F_{xx} que genera una basal doble-hexagonal como vimos en el Capítulo 3.

Comparando F_{xx} con F_0 observamos que ambas producen el mismo desfase en la secuencia: (-1), es decir que ambas separan dos partes iguales pero en F_{xx} las partes están más superpuestas que en F_0 . De acuerdo a los resultados encontrados en la fase 2H, esperamos que el vector de falla de F_0 coincida con el de F_{xx} . Como ocurre en la fase 2H, separando las partes en un vector cercano a $1/3[100]$, una falla F_{xx} se transforma en F_0 y la única diferencia es una dislocación parcial $\vec{b}_{1/3}$ (ec. 1.12) en el extremo (fig. 6.1(d)).

Por otro lado, si una falla F_0 es interceptada a la derecha por una falla hexagonal surge una falla F_{00} (fig. 6.1(e)) que se transforma en F_x si las partes se *juntan* por un vector $-\vec{b}_{1/3}$ (fig. 6.1(f)).

Dos hexagonales adyacentes generan el mismo tipo de fallas NB con la salvedad de que aparece una dislocación parcial en el extremo de la falla como se muestra en las figuras 6.1(g) y (h) en vez de aparecer a lo largo de su longitud.

Como resumen del modelo se espera:

- Que existan únicamente dos clases de fallas: F_0 y F_x .
- Encontrar en algunos casos a cada tipo de falla con el agregado de una dislocación parcial de vector de Burgers $\pm \vec{b}_{1/3}$ en el extremo.
- Que el efecto de una falla de apilamiento sobre una falla NB sea eliminarla o transformarla en la otra. Es decir que se podrían observar fallas que cambian de carácter a lo largo de su extensión.

6.2 Ejes de zona elegidos

La microestructura de la martensita 18R posee una alta densidad de fallas de apilamiento de plano basal. Los defectos NB por su parte, se encuentran en el plano $(\bar{1}28)$. Por lo tanto se buscaron ejes de zona desde los cuales las fallas basales estuvieran de canto o no presentaran contraste por el criterio de invisibilidad.

Para que las fallas basales estén de canto se deben observar ejes de zona contenidos en el plano basal. Las direcciones principales en este plano se indican en la figura 1.5 y los diagramas de difracción correspondientes en la figura 6.2. Los *puntos de estructura* aparecen por la distribución de átomos suponiendo que son todos iguales. Los *puntos de orden* aparecen por el orden que adoptan los diferentes elementos en la aleación.

- Eje de zona $[100]$: Los puntos de estructura forman rectángulos y están indexados en la figura 6.2(a). El vector $\vec{g} = 0\ 0\ 18$ está relacionado con la distancia entre planos basales. Existen cuatro planos (010) en una celda

Figura 6.1: Esquema de diferentes configuraciones de fallas en 18R desde el eje de zona $[2\bar{1}0]$. Cada línea de puntos indica un plano basal. Las líneas continuas indican fallas hexagonales y NB. Las cruces indican superposiciones de átomos y los círculos indican huecos. Las poligonales son guías visuales para seguir el apilamiento.

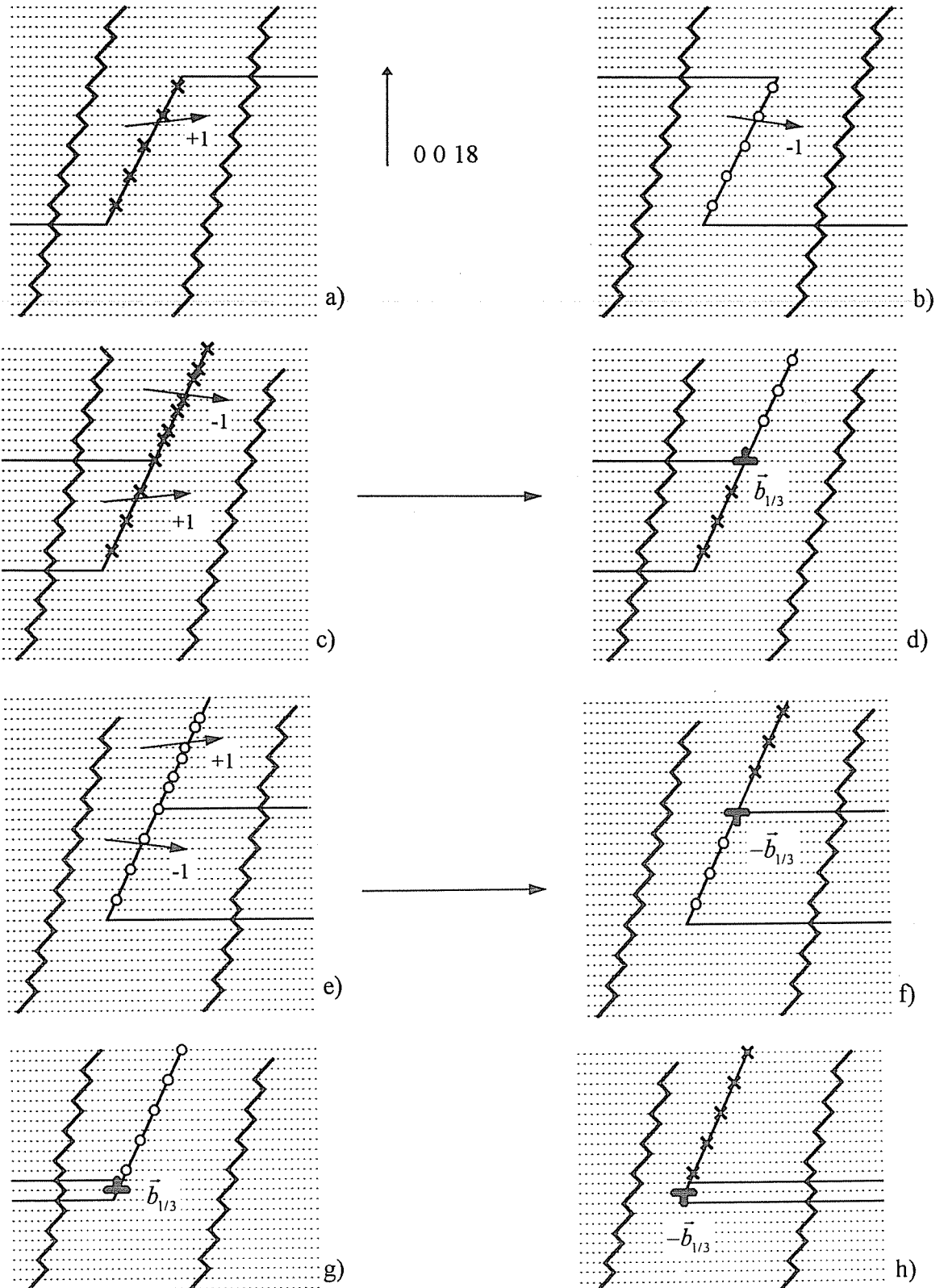
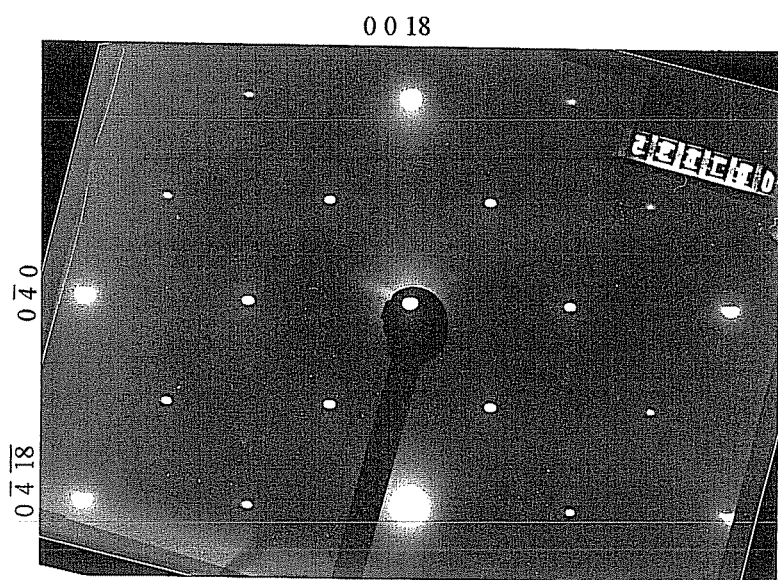
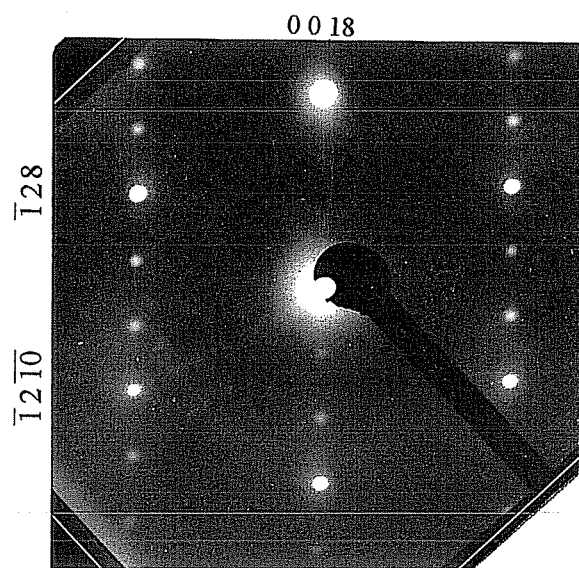
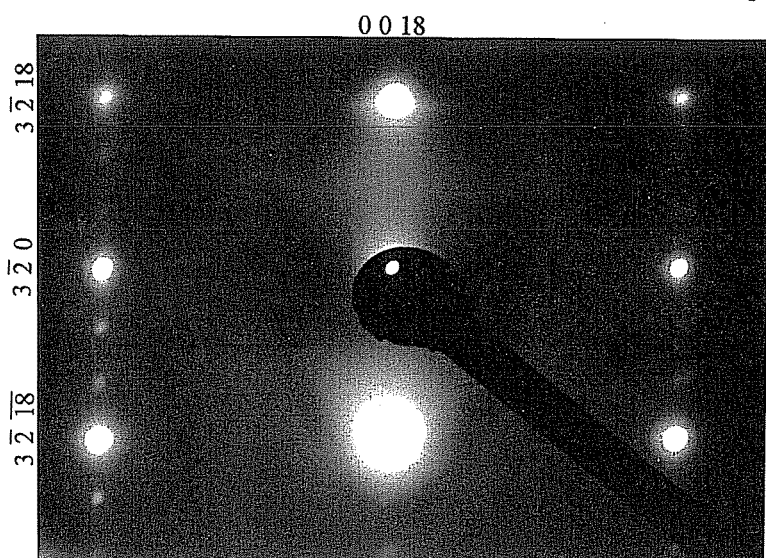
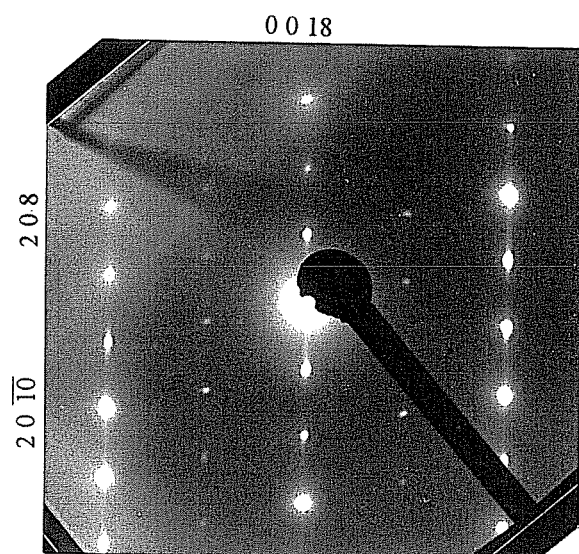


Figura 6.2: Diagramas de difracción de diferentes ejes de zona del plano basal, correspondientes a 18R. Nótese que todos poseen una longitud de cámara similar



(a) [100]

(b) $[2\bar{1}0]$ (c) $[230]$ (d) $[010]$

unidad que dan origen al $\vec{g} = 040$. Los puntos que tienen componente (020) aparecen por el orden B2 y el resto, con componente (009), por el orden L2₁.

- Eje de zona [210]: Los puntos son todos de estructura. Los más intensos son $\vec{g} = 0\ 0\ 18$, $\vec{g} = 1\ \bar{2}\ 10$ y $\vec{g} = 1\ \bar{2}\ \bar{8}$ con sus opuestos que forman un hexágono distorsionado (fig. 6.2(b)). El resto de los puntos aparecen alineados en direcciones paralelas al vector $\vec{g} = 0018$ originando dos puntos débiles equiespaciados entre dos puntos intensos. En la línea que pasa por el origen los puntos débiles se deben a doble difracción.
- Eje de zona [230]: Parecido al [100] pero sin los puntos de orden (fig. 6.2(c)). Todos los puntos son de estructura. Los puntos más débiles aparecen por la monoclinicidad.
- Eje de zona [010]: Parecido al [210] pero con puntos extra con componente (1 0 *i*), debidos al orden B2 (fig. 6.2(d)). Un punto extra aparece entre el transmitido y $\vec{g} = 208$, mientras que entre el transmitido y $\vec{g} = 2\ 0\ \bar{10}$ no aparece ninguno. Esta característica permite distinguir al eje de zona [010] del $[0\bar{1}0]$.

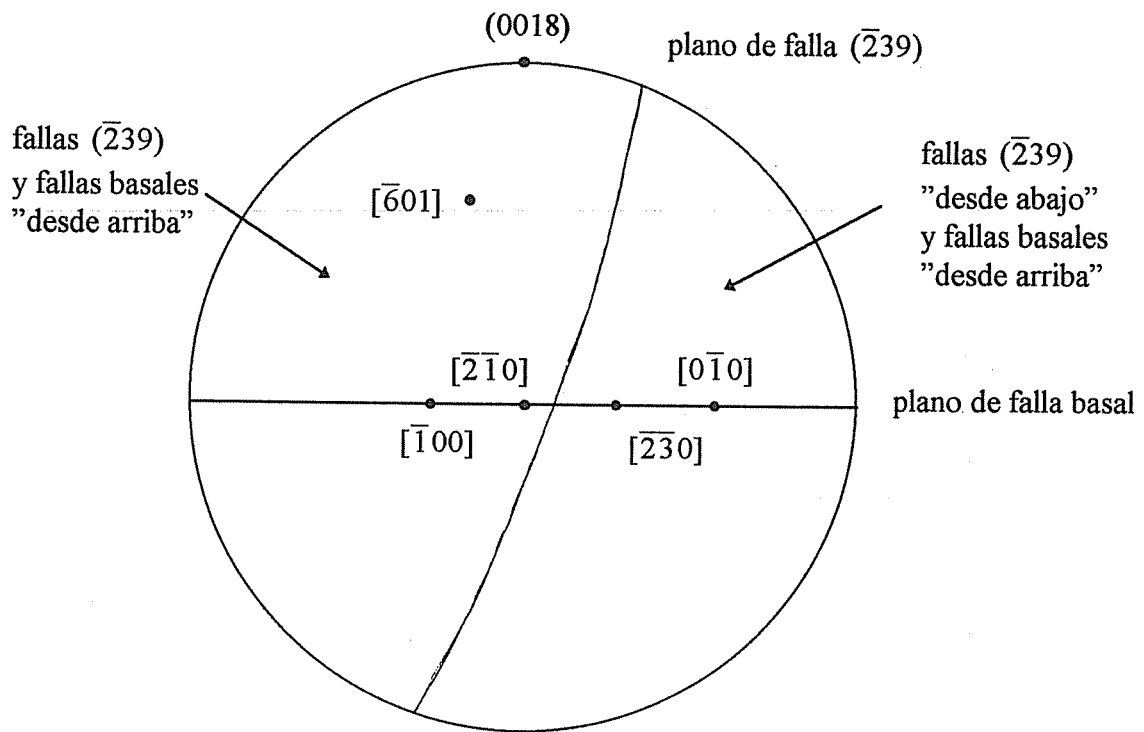
En algunos ejes de zona se observa además que hay líneas paralelas al vector $\vec{g} = 0018$ que unen a los puntos. Este efecto se llama *streaking* y está relacionado con la alta densidad de fallas de apilamiento de plano basal (aprox. una cada cien planos basales). Las líneas son perpendiculares al plano de falla y pasan por los puntos en los cuales $\vec{g} \cdot \vec{R} \neq 0$, donde \vec{R} es el vector desplazamiento de las fallas de apilamiento de plano basal.

Como el signo del vector desplazamiento de las fallas depende del lado desde el cual se las observa, hemos tomado como convención que las vemos “desde arriba” cuando las observamos desde [001]. En la figura 6.3 presentamos una proyección estereográfica donde se indica el plano de las fallas NB y varios ejes de zona de la martensita 18R, para visualizar de inmediato desde qué lado se las está observando. El plano indicado es cercano al ($\bar{1}28$) y tiene índices ($\bar{2}39$) como veremos más adelante en el análisis de las trazas de las fallas NB.

6.3 Contraste producido por las fallas basales

De todos los vectores de difracción contenidos en los ejes de zona elegidos veremos cómo es el contraste para las fallas de apilamiento de plano basal. Si bien los ejes de zona son perpendiculares al plano basal, sólo para $\vec{g} = 0\ 0\ 18$ las fallas

Figura 6.3: Proyección estereográfica de los planos de falla en 18R. Tomamos como convención que las fallas se ven "desde arriba" cuando se las observa desde $[001]$.



están de canto. Con el resto de los vectores la condición de dos haces se logra rotando al cristal fuera del eje de zona. Debido a ello los planos basales dejan de estar de canto. En la tabla 6.1 se calcula $\alpha = \vec{g} \cdot \vec{R}_i$ para las distintas fallas de apilamiento y los \vec{g} de interés, donde \vec{R}_i son los posibles vectores desplazamiento de las fallas de apilamiento de plano basal. Para cada eje de zona se especifican los vectores de difracción que dan el mismo contraste.

Tabla 6.1 Valor de α para las fallas basales en 18R.

	$\begin{matrix} [100] \\ \vec{g} = 0\ 0\ 18 \\ \vec{g} = 0\ 4\ 0 \end{matrix}$	$\begin{matrix} [210] \\ \vec{g} = \bar{1}\ 2\ \bar{1}0 \\ \vec{g} = \bar{1}\ 2\ 8 \end{matrix}$	$\begin{matrix} [230] \\ \vec{g} = \bar{3}\ 2\ 0 \\ \vec{g} = \bar{3}\ 2\ \bar{1}8 \end{matrix}$	$\begin{matrix} [010] \\ \vec{g} = 2\ 0\ 8 \\ \vec{g} = 2\ 0\ \bar{1}0 \end{matrix}$
$\vec{R}_H = \frac{1}{18}[691] + \frac{2}{3}\rho[100]$	0	$0.11 - \frac{2}{3}\rho$	-2ρ	$0.11 + \frac{4}{3}\rho$
$2\ \vec{R}_H = \frac{1}{18}[69\bar{1}] + \frac{4}{3}\rho[100]$	0	$0.22 - \frac{4}{3}\rho$	-4ρ	$0.22 + \frac{8}{3}\rho$
$3\ \vec{R}_H = (\frac{1}{3} - 2\rho)[\bar{1}00]$	0	$0.33 - 2\rho$	-6ρ	$0.33 + 4\rho$
$\vec{R}_C = -\vec{R}_H$	0	$-0.11 + \frac{2}{3}\rho$	2ρ	$-0.11 - \frac{4}{3}\rho$

Es decir que las fallas de basal son apreciablemente visibles desde $\langle 210 \rangle$ y $[010]$. Desde $\langle 230 \rangle$ sólo se observa un contraste residual generado por la distorsión tetragonal ρ .

La figura 6.4 muestra una secuencia de planos basales con una falla de apilamiento hexagonal. En ella puede observarse que los planos $(\bar{1}28)$ y $(1\bar{2}10)$ sufren un desplazamiento en la falla hexagonal. Comparando la parte de abajo con la de arriba resulta que: los planos $(1\bar{2}10)$ están desplazados $(1/9)d_{1\bar{2}10}$ en la dirección negativa de $\vec{g} = 1\bar{2}10$ y los planos $(\bar{1}28)$ están desplazados $(1/9)d_{\bar{1}28}$ en la dirección positiva de $\vec{g} = \bar{1}28$. Esto es equivalente a $\alpha_{\bar{1}28} = 0.11$ y $\alpha_{1\bar{2}10} = -\alpha_{\bar{1}2\bar{1}0} = -0.11$.

La figura 6.5 muestra la imagen de los defectos en 18R desde $[\bar{2}10]$ con $\vec{g} = 1\bar{2}10$ en condición de dos haces (se indican \vec{n} y \vec{h} definidos en la Sección 2.1.6). En ella se observa que la densidad de fallas de apilamiento de plano basal es tan alta que se superponen entre sí. Se observan además las fallas no-basales (NB) que, como las fallas de apilamiento, originan el contraste típico de franjas. Es debido a este comportamiento que las trataremos como fallas de apilamiento aunque el plano en que se encuentran no sea compacto.

6.4 Plano de falla NB

En la figura 6.5 se observa que las fallas NB son todas paralelas. Se sabe que este plano es cercano al plano equivalente al de hábito (alrededor del $(\bar{1}28)$) $[30]$, pero

Figura 6.4: Desplazamiento de los planos $(\bar{1}28)$ y $(1\bar{2}10)$ producido por una falla basal hexagonal en la fase 18R. Vista desde $[\bar{2}\bar{1}0]$. El desplazamiento es aproximado ya que se debe corregir por la distorsión tetragonal.

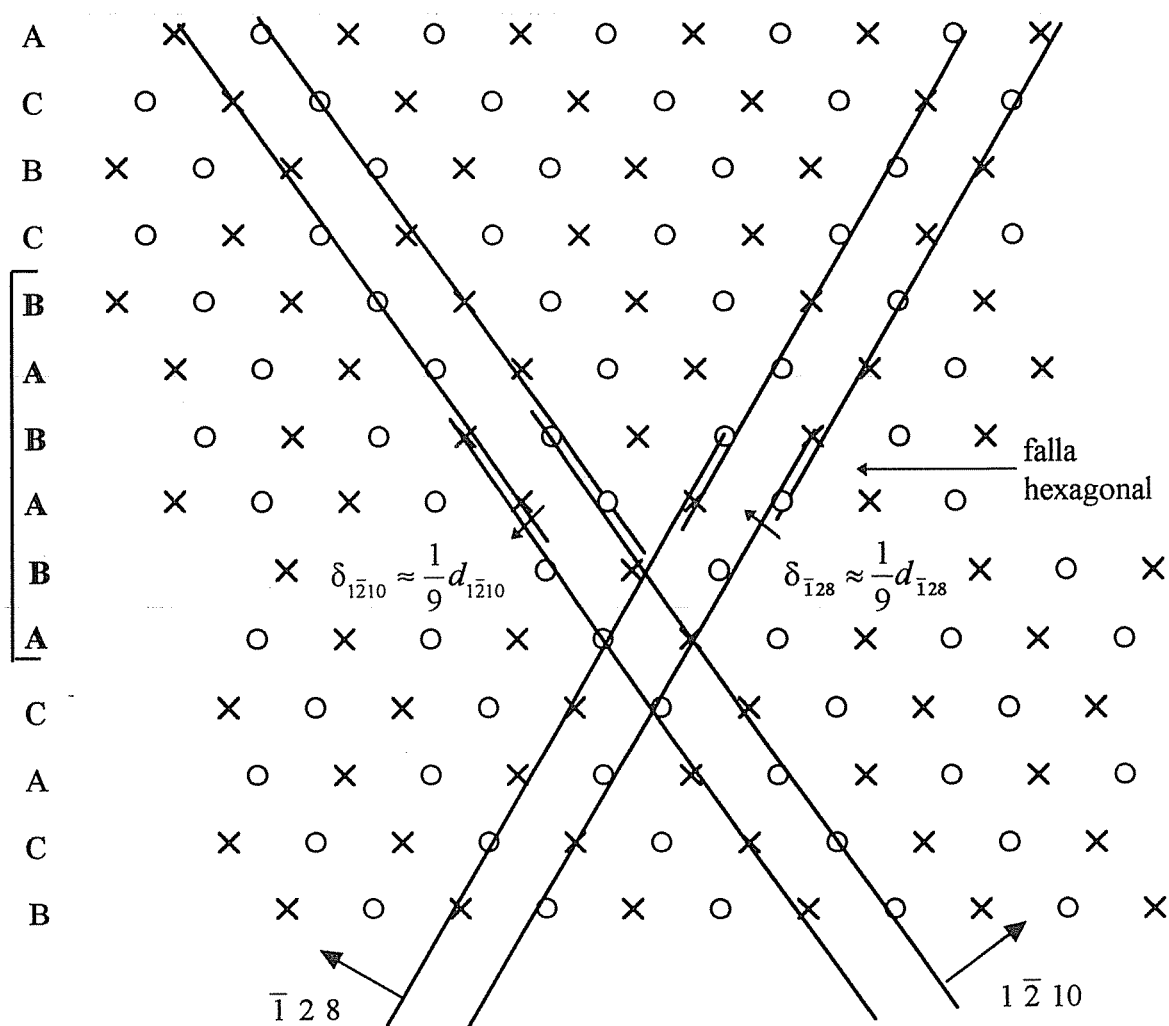
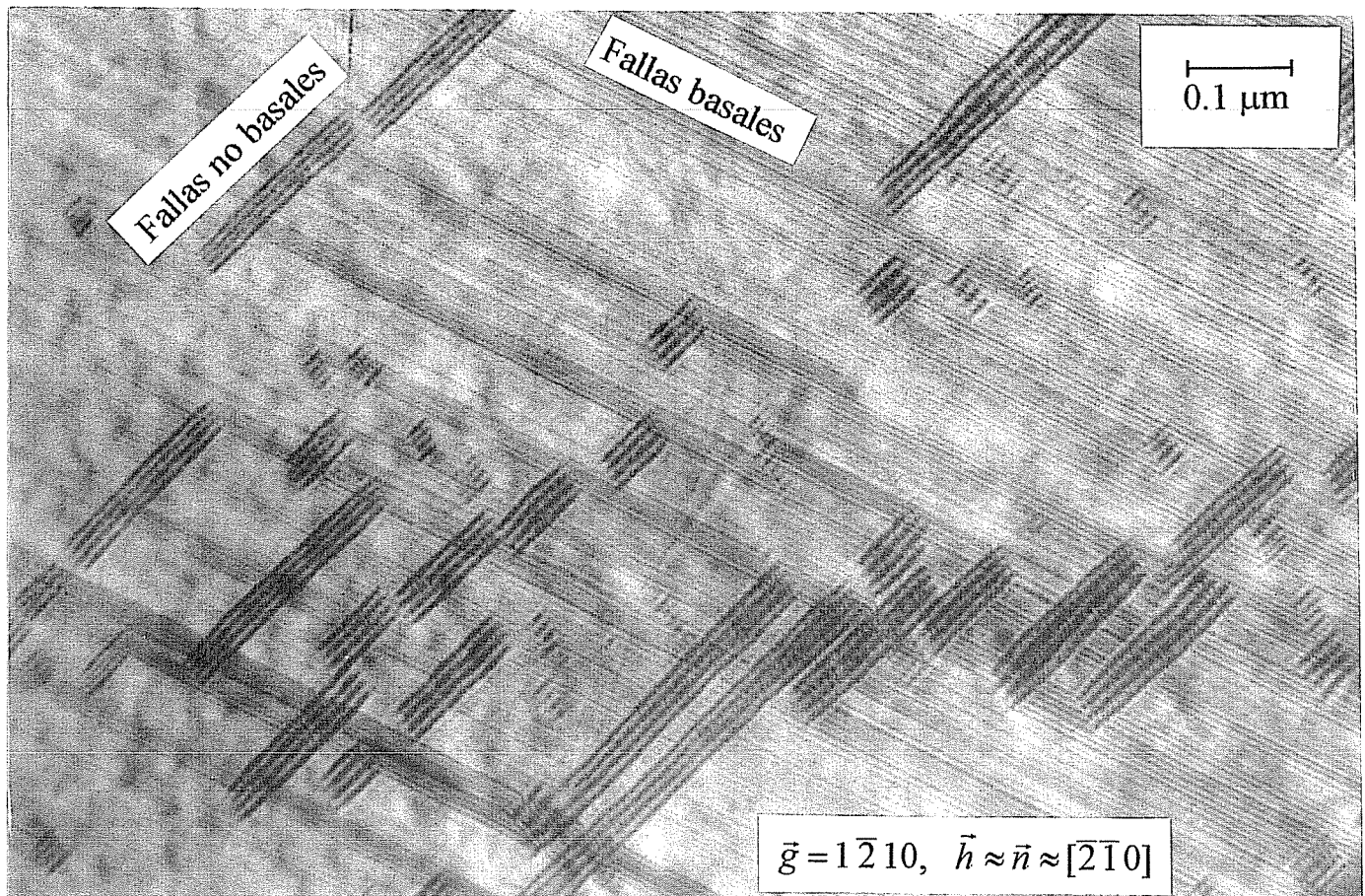


Figura 6.5: Fotografía por TEM de martensita 18R obtenida en condición de dos haces desde la dirección $[\bar{2}\bar{1}0]$. Se observa que además de las fallas de apilamiento de plano basal existen otros defectos que denominamos fallas no-basales (NB) y que son todos paralelos.



como la ubicación del plano de hábito depende de la aleación, hemos tratado de determinarlo para nuestro caso.

El plano de falla se obtiene a través de la traza del mismo en distintos planos de corte de un monocristal. La traza en dos planos es suficiente para determinar el plano de falla. Para ello analizamos las trazas en muestras con normales \vec{n} cercanas a $[100]$ y $[010]$. Como en el TEM se observa el borde de la muestra, en general el ancho de las fallas en la imagen aumenta con el espesor y por lo tanto los lados no son paralelos. Para determinar la traza no se analiza el borde de una falla sino la dirección que va por el centro de la misma. Comparamos las trazas medidas con las de planos posibles y determinamos aquella que mejor ajusta.

Debido a que los cortes de las muestras no son exactamente perpendiculares a las direcciones deseadas, y que además es necesario orientar el cristal para lograr un buen contraste de fallas, se desarrolló un programa de computación que a partir de esos parámetros determina cuál es la traza del plano que se desea. Debido a que la medida con menor error se logra comparando con la traza de las fallas basales, el ángulo entre la traza del plano en cuestión y la traza del plano basal es el parámetro de medida.

Desde la dirección $[210]$ las fallas están casi de canto. Por lo tanto, comparamos la traza medida, con los planos en ese eje de zona cercanos a $(\bar{1}28)$ obtenidos del diagrama de difracción (fig. 6.6).

Midiendo la orientación de la muestra según los ángulos A y B del goniómetro del portamuestra en el microscopio, analizamos la traza de las fallas en dos condiciones:

1. Muestra 1 (fig. 6.7(a))

Ubicación de los ejes de zona:

$[100]$ $A = -8^\circ$, $B = -7^\circ$,

$[210]$ $A = 13.5^\circ$, $B = 13.9^\circ$

$\Rightarrow \vec{n} = (4.329, 0.982, 0.624)$ en la red recíproca.

Dirección del haz \vec{h} :

$A = 19^\circ$, $B = -6.8^\circ \Rightarrow \vec{h} = (2.02, 0.84, -0.03)$ en la red real.

1. Muestra 2 (fig. 6.7(b))

Ubicación de los ejes de zona:

$[010]$ $A = 0^\circ$, $B = -3.8^\circ$,

$[230]$ $A = -13^\circ$, $B = -34.2^\circ$

$\Rightarrow \vec{n} = (-0.274, 5.328, 0.806)$ en la red recíproca.

Dirección del haz \vec{h} :

$A = -17.5^\circ$, $B = -26.5^\circ \Rightarrow \vec{h} = (9.64, 16.8, 0.26)$ en la red real.

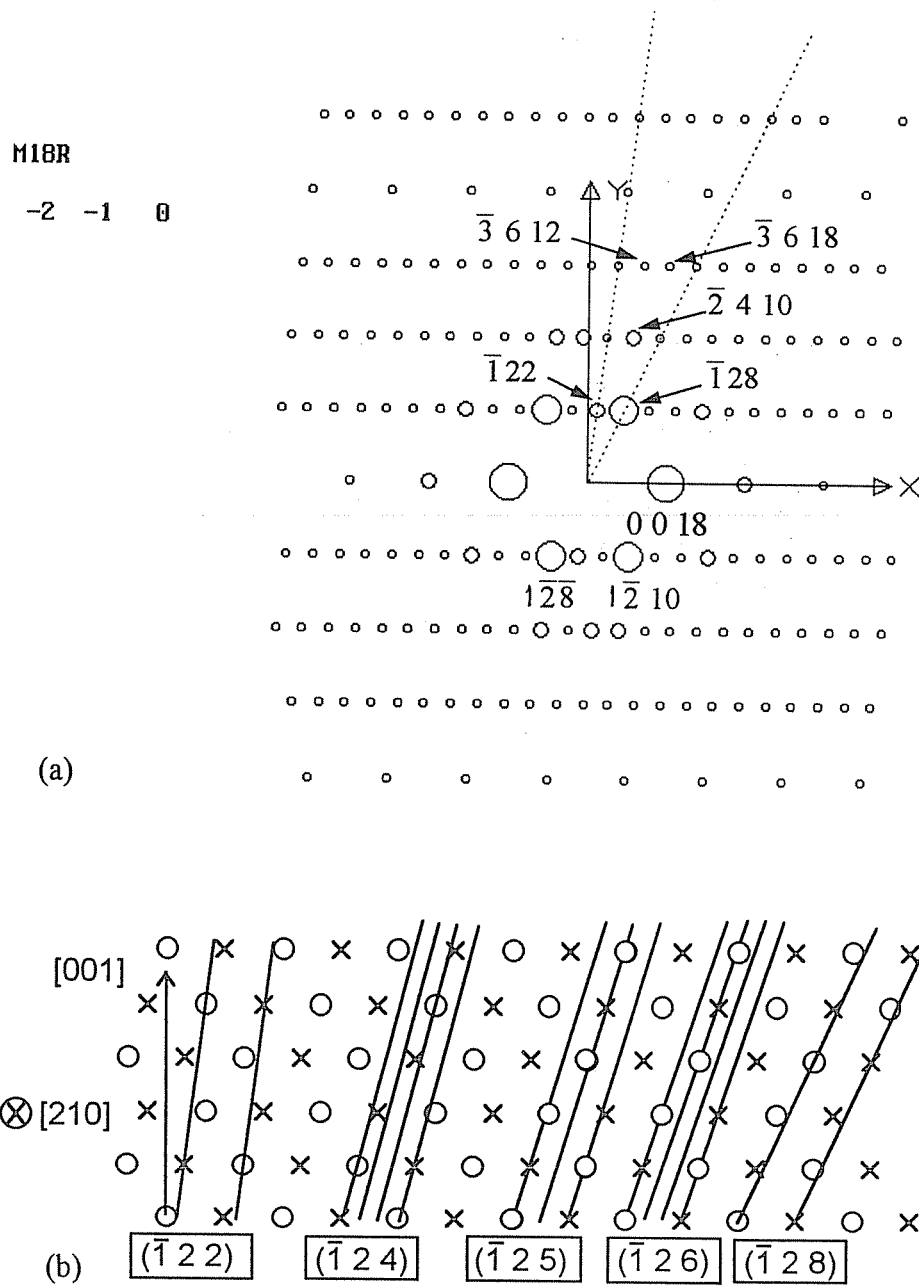
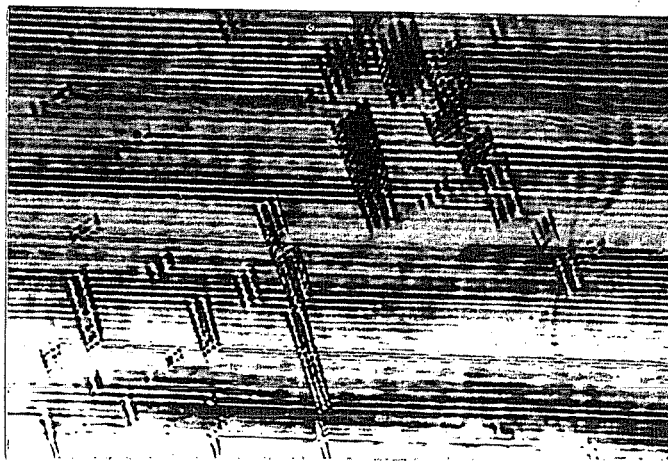
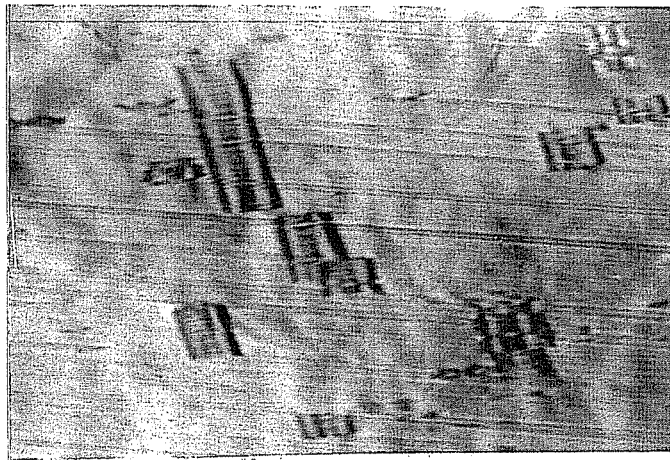


Figura 6.6: a) Eje de zona $[210]$. b) Planos cristalográficos asociados a los puntos del diagrama de difracción en (a) cercanos a $\bar{1} 28$.

Figura 6.7: Traza de las fallas NB en dos cortes diferentes. a) $[100]$. b) $[010]$. En ambos casos la muestra está rotada.



(a) $\vec{n} \approx [100]$, $\vec{h} \approx [210]$, $\vec{g} = \bar{1}210$



(b) $\vec{n} \approx [010]$, $\vec{h} \approx [230]$, $\vec{g} = 3\bar{2}18$

En la tabla 6.2 indicamos la traza que cada uno de los planos de la figura 6.6(b) debería tener en estas condiciones. Resaltamos los casos en que se aproximan; sin embargo, ninguno de los planos perpendiculares a $[210]$ coincide, es decir que las fallas NB no están de canto desde este eje de zona. Probando con otros planos, encontramos que el que mejor ajusta (manteniendo los índices bajos) es el $(\bar{2}39)$ como indicamos al final de la tabla 6.2.

Tabla 6.2 Traza para diferentes planos de prueba en los casos de la figura 6.7.

	$\vec{n} \approx [100]$ $\vec{h} \approx [210]$	$\vec{n} \approx [010]$ $\vec{h} \approx [230]$
$(\bar{1}22)$	84.3°	80.3°
$(\bar{1}24)$	77.4°	68.3°
$(\bar{1}25)$	74.1°	62.9°
$(\bar{1}26)$	70.9°	58.1°
$(\bar{1}28)$	64.8°	49.6°
$(\bar{2}39)$	71.3°	65.8°
medido	$70.5^\circ \pm 0.5^\circ$	$67.5^\circ \pm 1^\circ$

Podemos comparar este resultado con el de la referencia [26], en la cual encontraron que los defectos NB se hallan en el plano $(\bar{1}25)$ en una aleación de composición diferente.

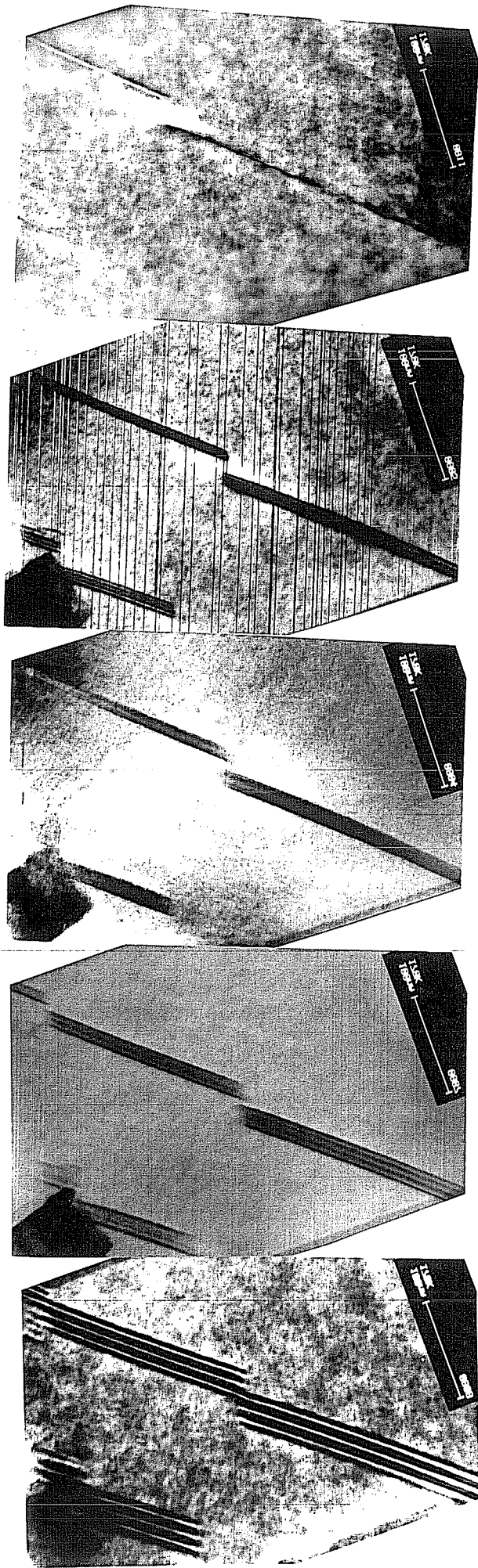
A partir del resultado encontrado, obtenemos que la intersección del plano de falla con el plano basal tiene la dirección $[320]$ a 7.7° del eje de zona $[210]$ como muestra la figura 6.3. En la figura 6.8 se presenta una serie de fotos tomadas alrededor de $\vec{g} = 0018$ cerca del eje de zona $[2\bar{1}0]$. Puede observarse que efectivamente las fallas se encuentran de canto alrededor de 7° del eje de zona $[210]$. El plano $(\bar{2}39)$ está a 71.5° del plano basal, un ángulo mayor al que forma $(\bar{1}28)$ con el basal (64°). De acuerdo a este plano de falla NB, resulta que desde $[230]$, $[010]$, $[230]$, $[210]$, $[\bar{1}00]$ y $[2\bar{1}0]$ vemos las fallas “desde arriba”, como hemos indicado en la figura 6.3.

6.5 Relajación en los defectos

A partir de los ejes de zona elegidos se hizo un estudio del contraste de los defectos NB para los diferentes vectores de difracción. La figura 6.9 muestra dos fotos de la misma zona tomadas en diferentes condiciones de difracción. Puede observarse que con $\vec{g} = 00\bar{1}8$ las fallas basales son invisibles y con $\vec{g} = \bar{1}28$ no lo son, como es de esperar por el vector desplazamiento que poseen (tabla 6.1). En cambio, las NB son claramente visibles en el primer caso y prácticamente invisibles en el

Figura 6.8: Serie de fotografías tomadas alrededor del eje de zona $[2\bar{1}0]$ manteniendo las fallas basales de canto, se observa que las fallas NB están de canto a 7° del eje de zona.

100 nm



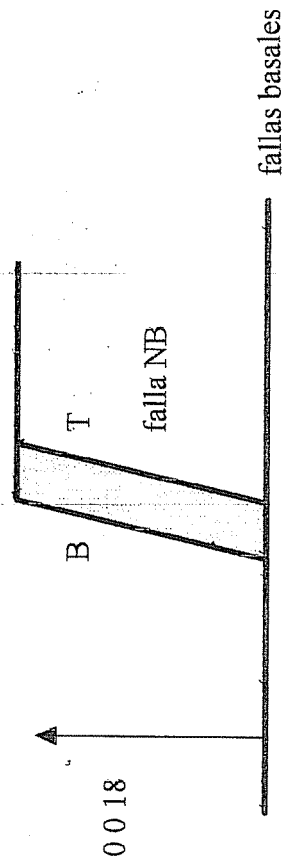
8.1°
desde "arriba"
 $\bar{g} = 00\bar{1}8$

1.6°

$[\bar{1}00] \leftarrow [2\bar{1}0] \rightarrow [2\bar{3}0]$

1.8°

6.9°
~ de canto



segundo.

De estas imágenes surge que el vector desplazamiento de las fallas NB es diferente al de las fallas basales, como ocurre en la fase 2H. Este resultado es esperable debido a que la distribución de los átomos en las fallas NB es muy irregular, por lo tanto es previsible un rearrreglo atómico que genere un desplazamiento de las partes. Este desplazamiento o relajación se debe sumar al vector desplazamiento que la falla NB hereda de la basal que la origina. Es de esperar que cada clase de falla relaje en forma diferente. A la relajación de F_0 la llamamos $\vec{\varepsilon}_o$ y a la de F_x la denominamos $\vec{\varepsilon}_x$. Los vectores desplazamiento de las fallas F_0 y F_x resultan, respectivamente:

$$\begin{aligned}\vec{R}_o &= -\vec{R}_H + \vec{\varepsilon}_o, \\ \vec{R}_x &= \vec{R}_H + \vec{\varepsilon}_x.\end{aligned}\tag{6.1}$$

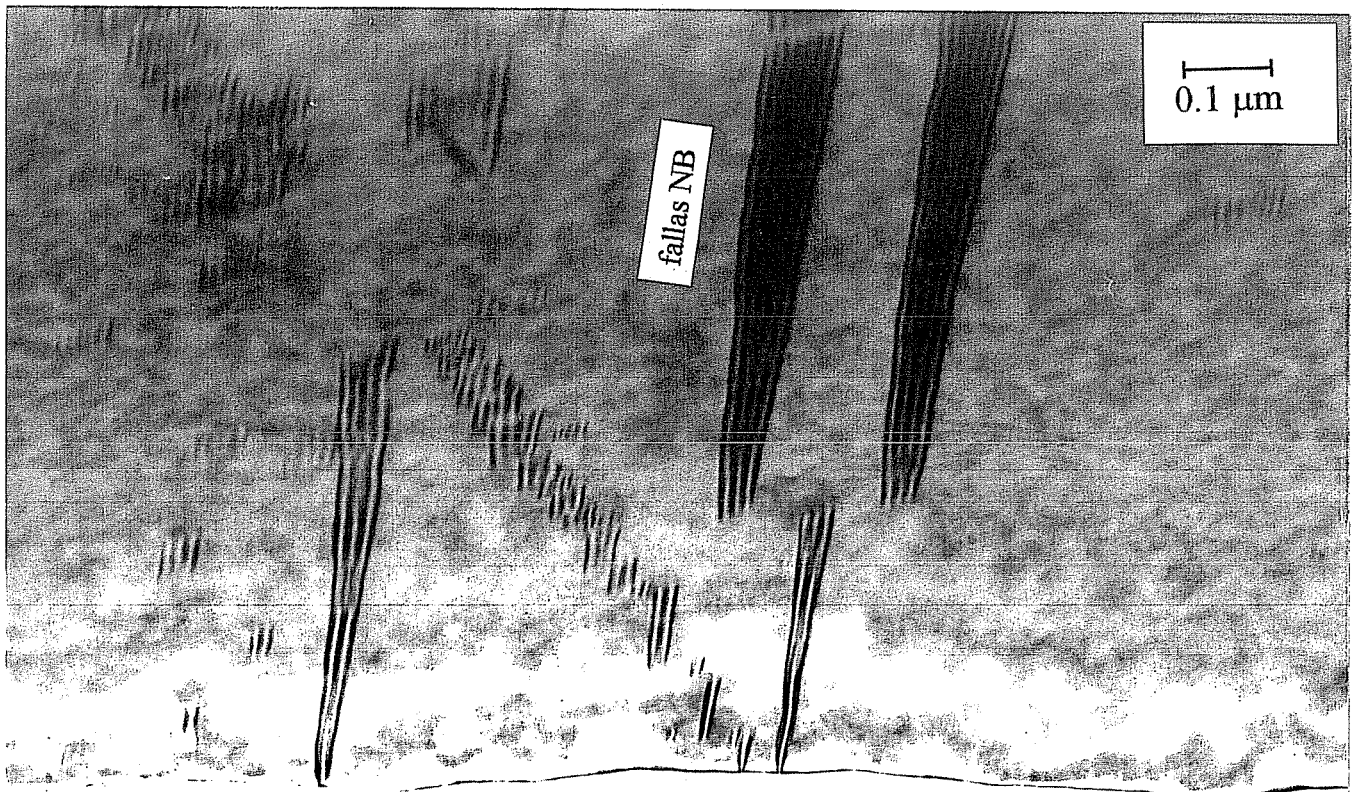
Como los defectos NB relajan, sus vectores desplazamiento se tornan diferentes a los de las fallas de plano basal con las cuales se conectan. Esto implica que en los extremos de las fallas NB aparecen dislocaciones que absorben la diferencia como muestra la figura 6.10. En los extremos de las fallas NB aparecen dislocaciones cuyos vectores de Burgers tienen el mismo valor que la relajación. Para determinar el signo debemos aplicar la convención explicada en el Capítulo 2. Notemos que en los extremos de las fallas NB aparecen dislocaciones de signo opuesto.

En configuraciones más complicadas como las de la figura 6.1 sólo es cuestión de agregar un par de dislocaciones opuestas en los extremos de cada tramo de falla, según corresponda. Como ejemplo, en la figura 6.11 mostramos el caso de la figura 6.1(f).

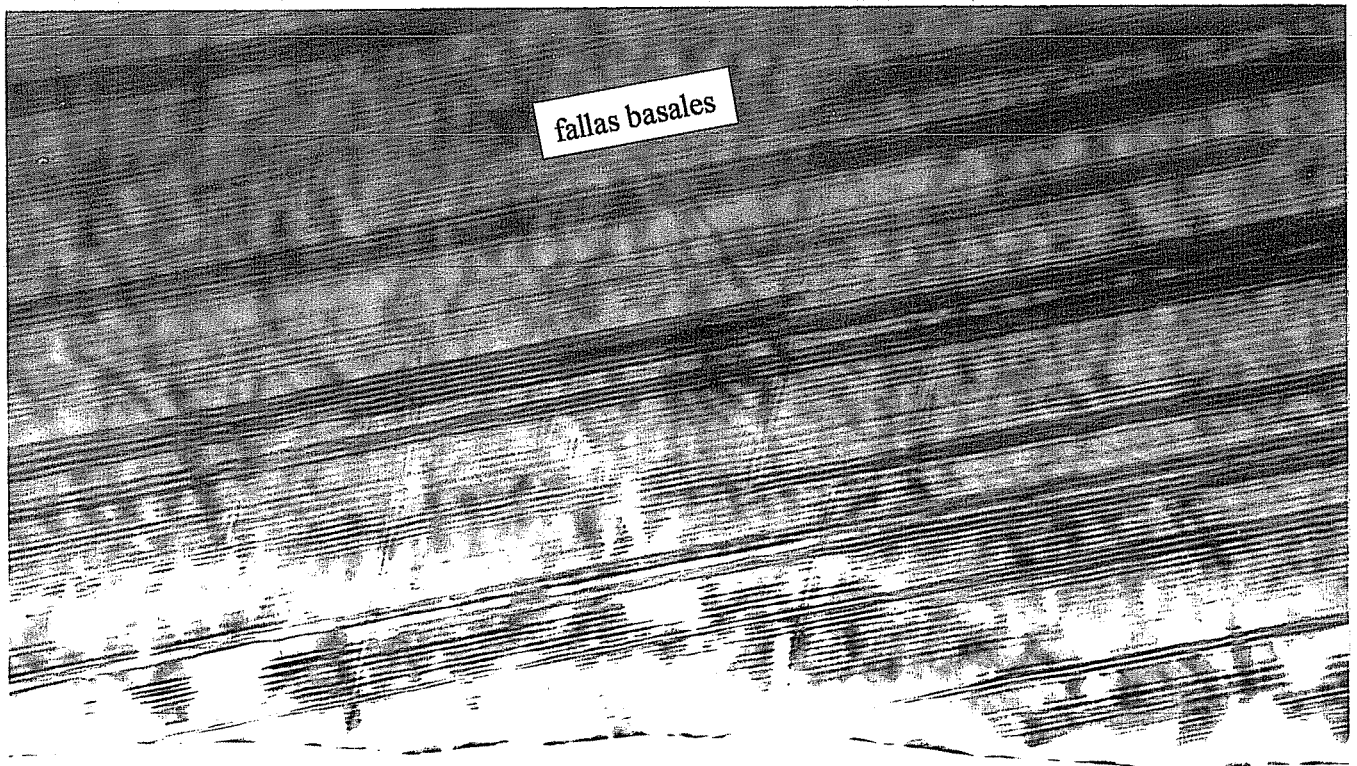
6.6 Análisis del contraste de las fallas NB

Para analizar las fallas NB se las observó en varias condiciones de difracción. Sin embargo, sólo en algunos casos el contraste era claro. Hay diferentes causas por las cuales la imagen de un defecto puede ser difícil de interpretar:

- $|\alpha| \gtrsim 0.4$ (ver figura 2.10). En este caso el número de franjas se multiplica. Se sabe si uno está en este caso debido a la forma en que se multiplica el número de franjas con el espesor.
- La distancia de extinción es muy grande y no aparece un número mínimo de franjas.
- No se logra la condición de dos haces por la presencia de muchos haces intensos residuales que interfieren en la imagen final.



(a) $\vec{g} = 00\bar{1}8$ $\vec{h} \approx [2\bar{1}0]$, $\vec{n} \approx [\bar{1}00]$



(b) $\vec{g} = \bar{1}28$ $\vec{h} \approx [2\bar{1}0]$, $\vec{n} \approx [\bar{1}00]$

Figura 6.9: Misma zona en diferentes condiciones de difracción. a) Fallas basales invisibles ($\alpha = 0$) y fallas NB visibles. b) fallas basales visibles ($\alpha = \pm 0.11$) y fallas NB \sim invisibles.

Figura 6.10: Relaxación atómica en las fallas NB en 18R que modifica al vector desplazamiento y da origen a dislocaciones parciales en los extremos. Vista desde $[2\bar{1}0]$.

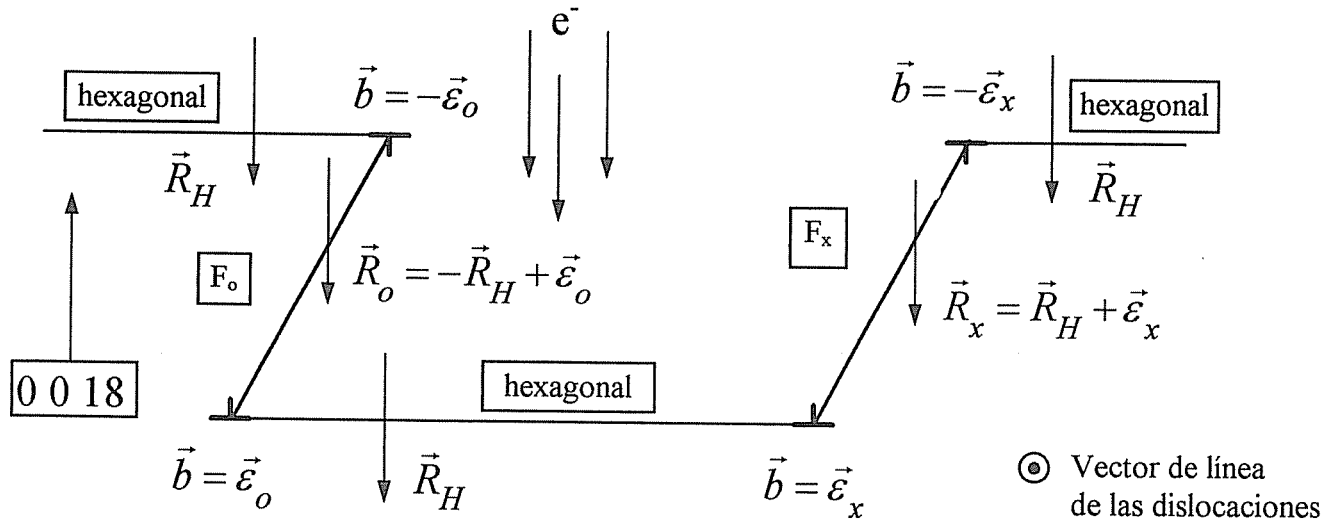
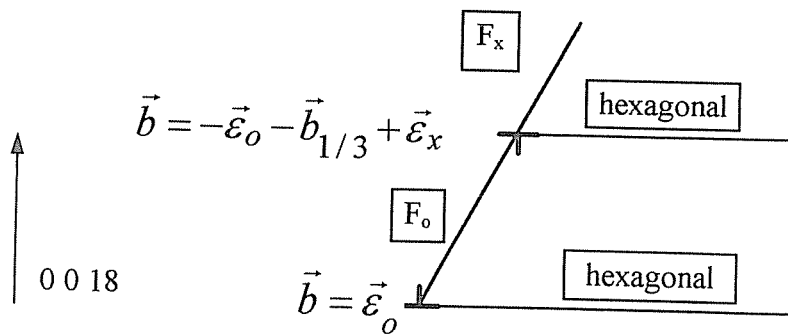


Figura 6.11: Efecto de la relajación en dislocaciones intermedias a lo largo de las fallas NB. Vista desde $[2\bar{1}0]$.



Teniendo en cuenta estos aspectos, hemos observado a las fallas NB en diferentes condiciones y hemos encontrado ciertos vectores de difracción para los cuales éstas presentan un contraste adecuado. A continuación analizaremos el contraste de las fallas en cada caso para poder determinar el valor del vector desplazamiento de las mismas. A partir del resultado que obtengamos determinaremos la relajación por medio de las ecuaciones 6.1.

Aplicaremos la regla general del contraste para escribir las relaciones entre α y \vec{R} . Para ello debemos determinar la intensidad de las franjas laterales de las fallas NB para cada condición de difracción.

El contraste más nítido se da con el vector de difracción $\pm \vec{g} = 0\ 0\ 18$ como muestra la figura 6.9(a). En estas condiciones las fallas de apilamiento de plano basal son invisibles ($\vec{g} \cdot \vec{R}_H = n$) y las fallas NB presentan un contraste característico de franjas claramente visibles. Es decir que la relajación de las fallas (ec. 6.1) es la única componente que interviene en el contraste. En la imagen 6.9(a) las fallas están vistas desde $[2\bar{1}0]$ es decir que según la figura 6.3 están vistas "desde arriba". El vector de difracción y el contraste de las franjas de los extremos de las fallas NB son:

$$\vec{g} = 00\bar{1}8 \Rightarrow \text{franjas oscuras.} \quad (6.2)$$

No hemos hecho referencia hasta aquí si se trataba de fallas F_0 ó F_x y eso es debido a que en este caso *todas* las fallas presentan el mismo contraste. De esta observación caben tres posibilidades:

- a) existe una sola clase de fallas,
- b) una clase de fallas es invisible y la otra no,
- c) las dos tienen componentes parecidas de la relajación en $[001]$.

Las imágenes tomadas con $\pm \vec{g} = 1\ \bar{2}\ 10$ presentan el contraste que se muestra en la figura 6.5. A pesar de estar presente el contraste de las fallas de apilamiento de plano basal ($\vec{g} \cdot \vec{R}_H = 0.11$, ver tabla 6.1) es posible distinguir el contraste de las franjas de las fallas NB. Como no se ve que éste se altere, a pesar de la distribución aleatoria de las fallas de apilamiento de plano basal, podemos considerar que la presencia de estas últimas no afecta apreciablemente el contraste de las NB en estas condiciones de difracción.

En la figura 6.5 las fallas NB están vistas "desde arriba" y obtenemos:

$$\vec{g} = 1\bar{2}10 \Rightarrow \text{franjas claras.} \quad (6.3)$$

De nuevo, como para el caso de $\pm \vec{g} = 0018$, *todas* las fallas NB presentan el mismo contraste, pero en este caso no implica que las relajaciones de F_0 y F_x sean iguales porque interviene el término heredado de las fallas basales que es diferente para F_0 y F_x :

$$\vec{g} \cdot \{-\vec{R}_H + \vec{\varepsilon}_o\} \approx \vec{g} \cdot \{\vec{R}_H + \vec{\varepsilon}_x\} \not\Rightarrow \vec{\varepsilon}_o \approx \vec{\varepsilon}_x.$$

El tercer vector analizado corresponde a $\pm \vec{g} = \bar{1}28$. En la figura 6.9(b) puede observarse que las fallas basales son de la misma intensidad que en la foto 6.5 (α es de la misma magnitud) sin embargo las fallas NB son mucho más débiles:

$$\vec{g} = \bar{1}28 \Rightarrow \text{fallas muy débiles.} \quad (6.4)$$

De nuevo, *todas* presentan estas características.

Podemos hacer aquí un análisis comparando los diferentes comportamientos del contraste. Para una misma falla debe cumplirse que:

$$\alpha_{1\bar{2}10} + \alpha_{\bar{1}28} = -\alpha_{00\bar{1}8} = \alpha_{0018}, \quad (6.5)$$

es decir que los tres valores de α no son independientes. Como $\alpha_{\bar{1}28}$ es muy pequeño, su efecto puede despreciarse y resulta: $\alpha_{1\bar{2}10} \approx \alpha_{0018}$. Es decir que si con $\pm \vec{g} = 0018$ todas las fallas se ven iguales, con $\pm \vec{g} = 1\bar{2}10$ debe ocurrir lo mismo, tal cual se observa. Por otro lado obtenemos también que las magnitudes de los α para $1\bar{2}10$ y $00\bar{1}8$ son similares, como se observa comparando las fotos 6.5 y 6.9; esto es, las franjas son de la misma intensidad. Debido a que además son de signo opuesto, los bordes son claros en una y oscuros en otra.

Resulta entonces que desde el eje de zona $[210]$ no podemos distinguir a los dos tipos de fallas si es que las hay. Desde un nuevo eje de zona, el $[230]$, el contraste de las fallas de apilamiento de plano basal es considerablemente reducido por los vectores de difracción más intensos de modo que el contraste es producido principalmente por la relajación (ec. 6.1).

La figura 6.12 muestra, en las tres imágenes superiores, el contraste producido por un conjunto de fallas NB observadas desde $[230]$, y en las dos imágenes inferiores, el contraste del mismo conjunto de fallas desde $[210]$. Como la traza del plano de las fallas cae entre $[210]$ y $[230]$ (fig. 6.3) inevitablemente las fallas se verán desde lados opuestos. En las tres imágenes superiores de la figura 6.12 las fallas están vistas “desde arriba” y en las dos inferiores “desde abajo”.

Se observa el resultado más notable: *los defectos NB presentan dos clases de contrastes*.

Con $\pm \vec{g} = \bar{3}20$ se observa que unas fallas NB son invisibles y otras visibles. Esto se deduce de comparar la imagen de la figura 6.12(a) tomada con $\vec{g} = \bar{3}20$ con otra de la misma zona tomada con $\vec{g} = 0018$ (fig. 6.12(c)) ó $\vec{g} = \bar{1}2\bar{1}0$ (fig. 6.12(d)). Llamaremos F_A y F_B a las fallas invisibles y visibles, respectivamente. De la figura 6.12(a) obtenemos:

$$\begin{aligned} \vec{g} = \bar{3}20 &\Rightarrow F_A \text{ invisibles,} \\ &\Rightarrow F_B \text{ bordes oscuros.} \end{aligned} \quad (6.6)$$

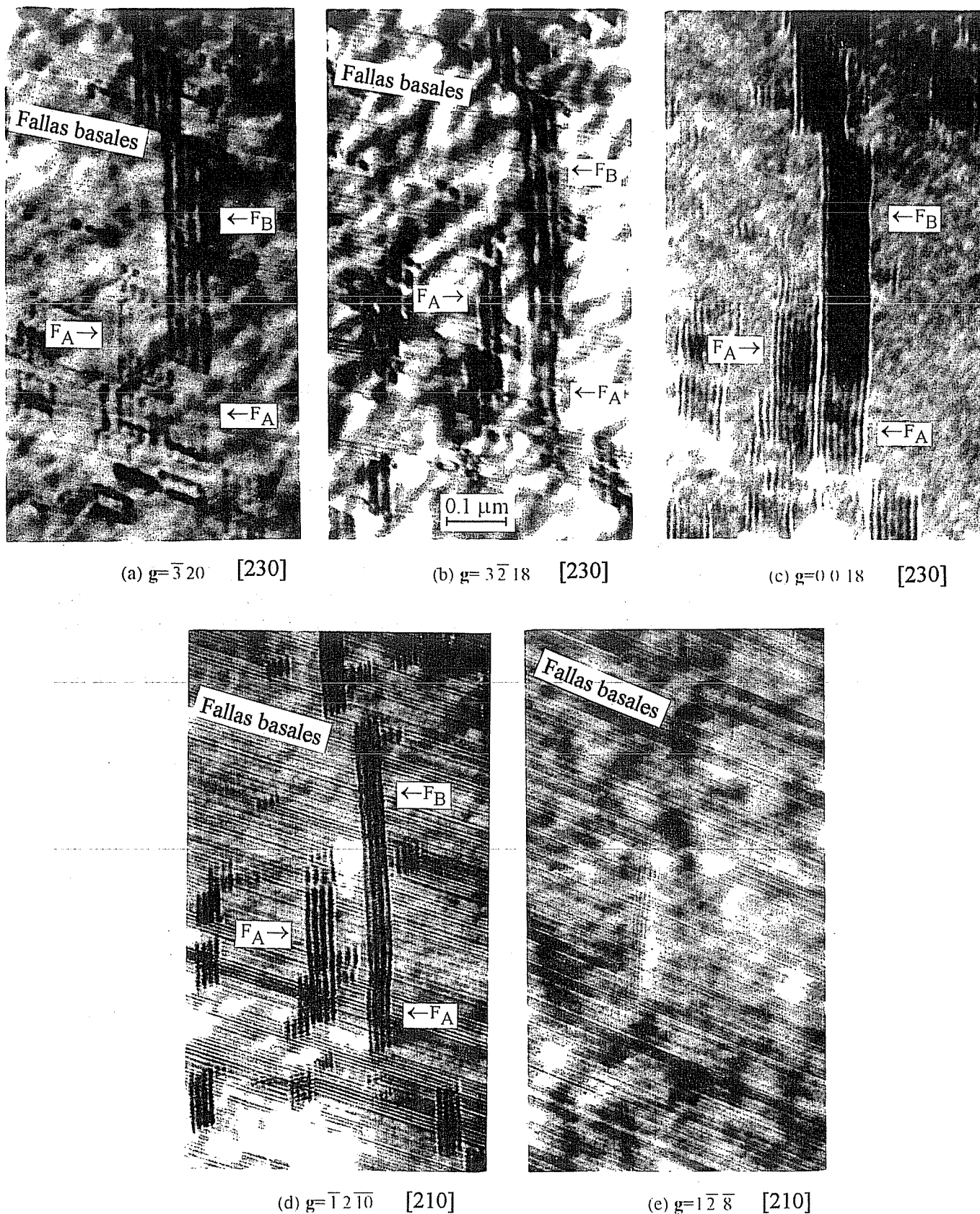


Figura 6.12: Imágenes de una misma zona en diferentes condiciones de difracción. Las tres imágenes superiores desde [230]: fallas NB “desde arriba” y las dos inferiores desde [210]: fallas NB “desde abajo”. a) Las fallas basales presentan un contraste débil y las fallas F_A son invisibles. b) Las fallas F_A presentan bordes claros y las F_B oscuros. c) Fallas basales completamente invisibles. d) Fallas basales y NB visibles. e) Fallas basales visibles y NB muy débiles.

Las hemos llamado con este nombre debido a que no conocemos cuál es F_o ó F_x .

El \vec{g} más práctico para diferenciar las fallas es el $\pm \vec{g} = 3\bar{2}18$. En esas condiciones ambas clases de fallas son visibles pero de contrastes opuestos lo que facilita la identificación directa. De la figura 6.12(b) obtenemos:

$$\begin{aligned} \vec{g} = 3\bar{2}18 &\Rightarrow F_A \text{ bordes claros,} \\ &\Rightarrow F_B \text{ bordes oscuros.} \end{aligned} \quad (6.7)$$

Hasta este punto hemos comprobado que existen dos clases de fallas. Veremos a continuación qué contraste presentan estos defectos desde el eje de zona $[210]$ que habíamos observado al principio. Puede apreciarse que tanto F_A como F_B presentan el mismo contraste cuando son observadas con $\vec{g} = 0018$ (fig. 6.12(c)) ó $\vec{g} = \bar{1}2\bar{1}0$ (fig. 6.12(d)), y son prácticamente invisibles bajo $\vec{g} = \bar{1}2\bar{8}$ (fig. 6.12(e)) tal cual habíamos observado. *Es decir que de las tres hipótesis enunciadas al principio de la sección las dos primeras quedan descartadas.*

La imagen 6.12(c) puede compararse con la figura 6.9(a). Como los vectores de difracción son opuestos se observa que el contraste de las franjas es opuesto: bordes claros con $\vec{g} = 0018$ y oscuros con $\vec{g} = 00\bar{1}8$. La imagen 6.12(d) puede compararse con la figura 6.5; en ambas las fallas NB presentan el mismo contraste (bordes claros) debido a que están vistas desde lados opuestos y con \vec{g} opuestos, efectos que se cancelan entre sí. Por último las imágenes de las fallas NB tomadas con $\pm \vec{g} = \bar{1}28$ son siempre muy débiles. Aquí podemos comparar las figuras 6.12(c) y 6.12(d) aprovechando que en este caso presentan α del mismo signo (en ambas bordes claros) para ver que además los α son comparables. Esta observación reafirma el hecho de que el contraste con $\vec{g} = \bar{1}2\bar{8}$ (ec. 6.5) es invisible intrínsecamente y no porque los defectos están casi de canto (7°).

Así como desde el eje de zona $[210]$ se cumple la condición 6.5, desde el eje de zona $[230]$ debe cumplirse la siguiente ecuación:

$$\alpha_{3\bar{2}18} = \alpha_{0018} - \alpha_{\bar{3}20}, \quad (6.8)$$

de donde obtenemos que para F_A debe cumplirse $\alpha_{3\bar{2}18} = \alpha_{0018}$.

Si bien con $\pm \vec{g} = \bar{1}28$ las fallas son muy débiles, tratamos de establecer el signo del α correspondiente identificando en algunos casos la intensidad de los bordes. En la figura 6.13 se muestran tres fotografías de la misma zona en diferentes condiciones de difracción. La foto 6.13(a) muestra el conjunto de fallas tomadas con $\vec{g} = \bar{1}2\bar{1}0$ desde $[2\bar{1}0]$. Como están vistas “desde arriba” (fig. 6.3) y los bordes son oscuros concuerda con la ecuación 6.3. Para determinar si corresponden a F_A ó F_B las observamos con $\vec{g} = \bar{3}2\bar{1}8$ desde $[230]$ (fig. 6.13(b)). Para esta foto las fallas están vistas “desde abajo” por lo cual el resultado es el mismo que vistas “desde arriba” con el \vec{g} opuesto ($\vec{g} = 3\bar{2}18$). Como estas

fallas presentan bordes claros corresponden a F_A (ec. 6.7). La figura 6.13(c) muestra la imagen con $\vec{g} = 1\bar{2}8$ desde $[2\bar{1}0]$ (es decir, vistas “desde arriba”). Como las fallas poseen bordes claros:

$$F_A \Rightarrow \alpha_{1\bar{2}8} \gtrsim 0. \quad (6.9)$$

Podemos comparar este resultado con la figura 6.9(b) tomada con $\vec{g} = \bar{1}28$ desde $[2\bar{1}0]$ en la cual pueden apreciarse los bordes oscuros de las fallas, lo cual está de acuerdo con la ecuación 6.9.

Para las fallas F_B no se pudo establecer el signo de $\alpha_{1\bar{2}8}$. En la figura 6.12(e) se observa que las fallas F_A presentan un leve patrón de franjas mientras que para las F_B es prácticamente imperceptible. Por esto hemos considerado que $|\alpha_{1\bar{2}8}(F_A)| > |\alpha_{1\bar{2}8}(F_B)| \approx 0$.

6.7 Determinación de los vectores de falla F_A y F_B

A partir de las características generales del contraste de las fallas descriptas en la sección anterior, aplicaremos la regla general del contraste que determina el signo de α . Para cada condición de difracción reemplazamos α por $\vec{g} \cdot \vec{R}$ y obtenemos un conjunto de relaciones que nos va a permitir acotar el valor de \vec{R} ya sea para F_A (\vec{R}_A) o para F_B (\vec{R}_B). De acuerdo al contraste de las fallas haremos un ajuste grueso de α determinando sólo su signo. Si las fallas son invisibles consideramos $\alpha = 0$. Más adelante haremos un ajuste fino para acotar los valores dentro de los rangos $[0, 0.5]$ ó $[-0.5, 0]$.

A continuación detallamos los cinco casos:

1) $\vec{g} = 0\ 0\ 18$ (fig. 6.12(c)):

Todas las fallas poseen bordes claros:

$$\begin{aligned} F_A : \quad n < (0\ 0\ 18) \cdot \vec{R}_A &< n + 0.5, \\ F_B : \quad n < (0\ 0\ 18) \cdot \vec{R}_B &< n + 0.5 \end{aligned} \quad (6.10)$$

donde n es un entero.

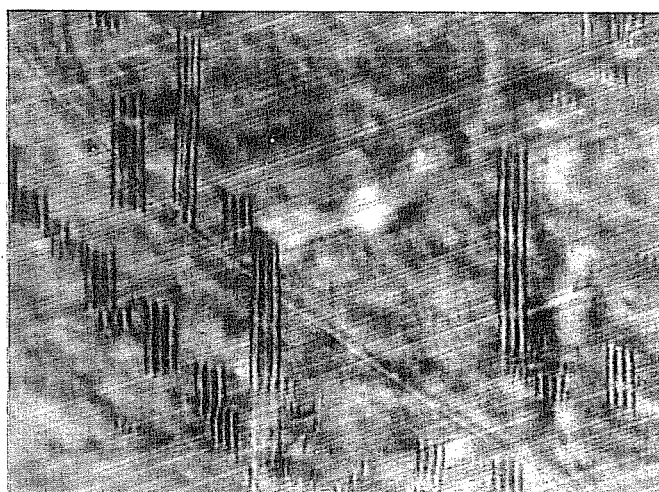
2) $\vec{g} = 1\ \bar{2}\ 10$ (fig. 6.5):

Todas las fallas poseen bordes claros:

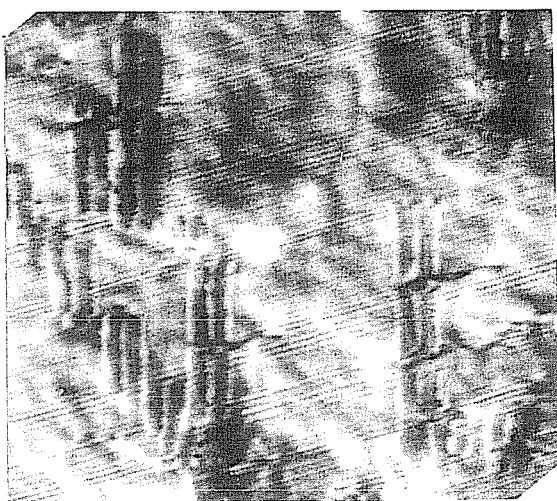
$$\begin{aligned} F_A : \quad n < (1\ \bar{2}\ 10) \cdot \vec{R}_A &< n + 0.5, \\ F_B : \quad n < (1\ \bar{2}\ 10) \cdot \vec{R}_B &< n + 0.5 \end{aligned} \quad (6.11)$$

Figura 6.13: Contraste producido por fallas F_A . a) Imagen de la zona. b) Determinación de que se trata de fallas F_A . c) Las fallas presentan un contraste débil pero de bordes claros.

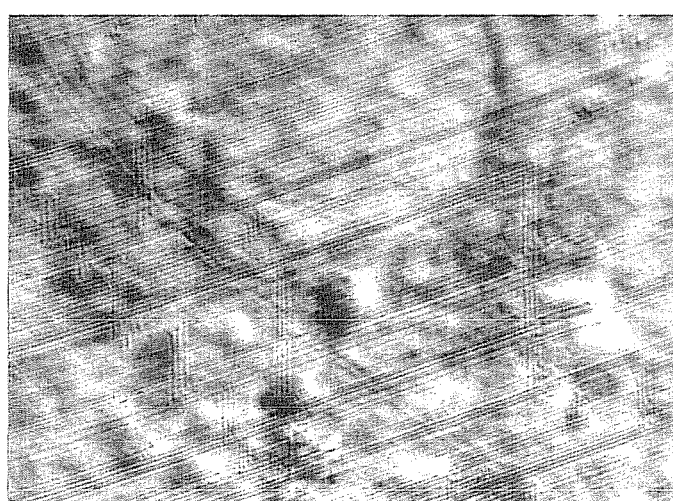
(a) $\vec{h} \approx [\bar{2}\bar{1}0]$, $\vec{g} = \bar{1}2\bar{1}0$



100 nm



(b) $\vec{h} \approx [\bar{2}\bar{3}0]$, $\vec{g} = \bar{3}2\bar{1}8$



(c) $\vec{h} \approx [\bar{2}\bar{1}0]$, $\vec{g} = \bar{1}2\bar{8}$

3) $\vec{g} = \bar{1} 2 8$ (fig. 6.9(b)):

Todas las fallas poseen un contraste muy débil:

$$F_A : (\bar{1} 2 8) \cdot \vec{R}_A \approx n, \quad (6.12)$$

$$F_B : (\bar{1} 2 8) \cdot \vec{R}_B \approx n.$$

4) $\vec{g} = \bar{3} 2 0$ (fig. 6.12(a)):

F_A es invisible y F_B posee bordes oscuros:

$$F_A : (\bar{3} 2 0) \cdot \vec{R}_A \approx n, \quad (6.13)$$

$$F_B : n - 0.5 < (\bar{3} 2 0) \cdot \vec{R}_B < n. \quad (6.14)$$

5) $\vec{g} = 3 \bar{2} 18$ (fig. 6.12(b)):

F_A posee bordes claros y F_B bordes oscuros:

$$F_A : n < (3 \bar{2} 18) \cdot \vec{R}_A < n + 0.5, \quad (6.15)$$

$$F_B : n - 0.5 < (3 \bar{2} 18) \cdot \vec{R}_B < n. \quad (6.16)$$

6.7.1 Red de soluciones para F_A y F_B

Las soluciones a los puntos 1, 2 y 3 que corresponden a vectores de difracción del eje de zona $[210]$ (caso $[210]$) se indican en la figura 6.14. Idem para los puntos 1, 4 y 5 con vectores de difracción del eje de zona $[230]$ (caso $[230]$) en las figuras 6.15 y 6.16. Estas figuras muestran a la red real en la orientación correspondiente al eje de zona detallado en cada una. El origen se ubica arbitrariamente en el círculo oscuro.

Analizaremos primero el caso $[210]$. Las soluciones a las relaciones 6.12 con $\vec{g} = \bar{1} 2 8$ son planos en la red real perpendiculares a ese vector, es decir que \vec{R}_A y \vec{R}_B se encuentran en alguno de los planos de la familia $(\bar{1} 2 8)$ indicados en la figura 6.14. Para cada uno se indica el valor de $\alpha_{\bar{1}28}$.

De estas soluciones veremos cuáles satisfacen también las condiciones 6.10 con $\vec{g} = 0018$. Como α_{0018} posee un valor entre 0 y 0.5 las zonas solución se indican con bandas grises paralelas al plano basal en la figura 6.14. Es decir que dentro de los planos $(\bar{1} 2 8)$ la solución para \vec{R}_A y \vec{R}_B se encuentra dentro de estas bandas.

El mismo procedimiento con $\vec{g} = 1 \bar{2} 10$ (ec. 6.11) indica que la solución debe estar en las bandas grises paralelas a los planos $(1 \bar{2} 10)$. Se observa que la solución encontrada ya satisfacía esta última condición.

De este análisis resulta que la solución para cualquiera de las dos fallas se encuentra en las zonas indicadas por segmentos de trazo grueso paralelos al plano

Figura 6.14: Vista de la red real (círculos) desde el eje de zona $[\bar{2}\bar{1}0]$, donde están indicados los planos cristalinos. Las zonas sombreadas cumplen con el contraste para cada vector de difracción. Las zonas que cumplen con todas las condiciones están resaltadas por trazo grueso.

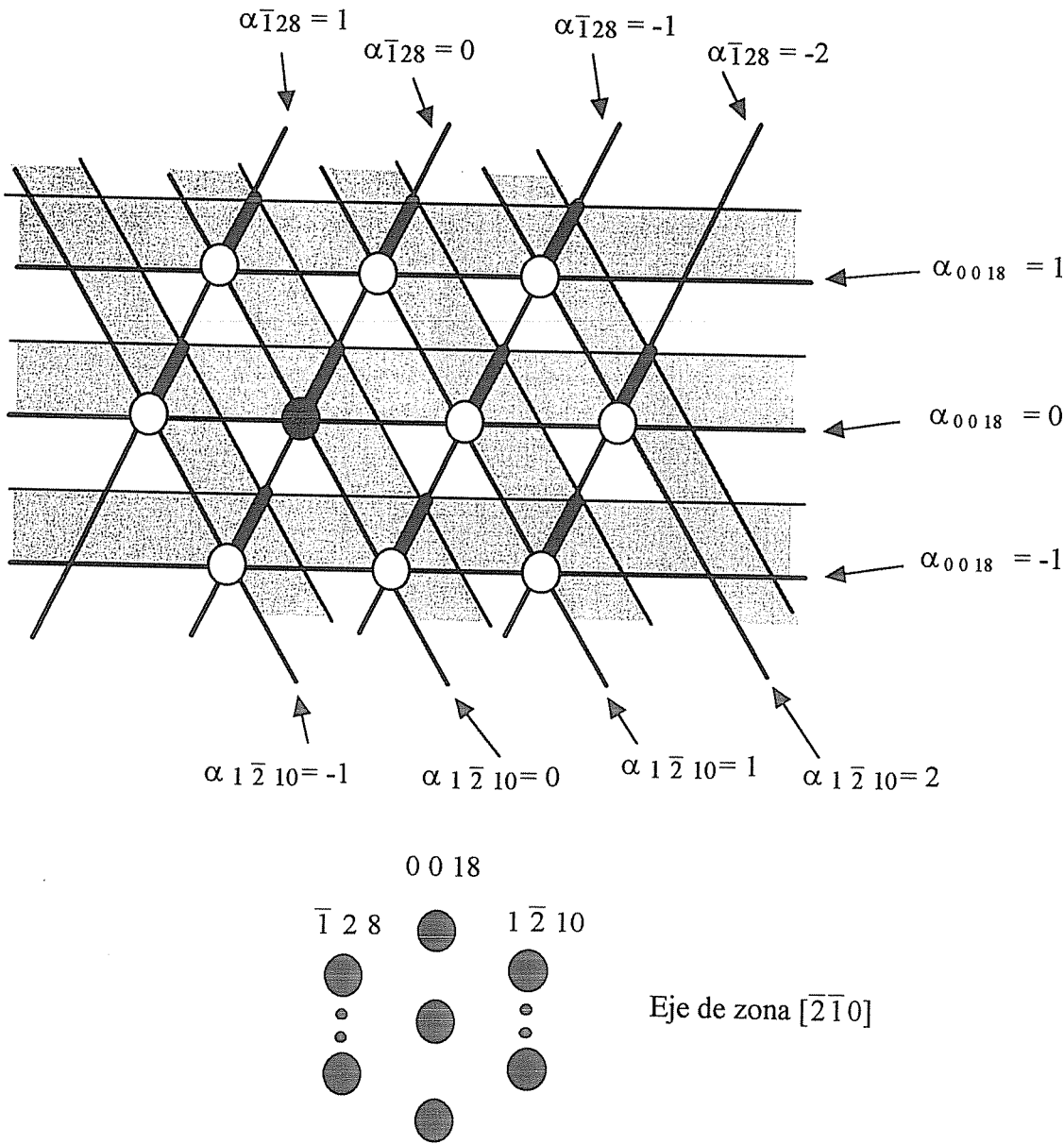


Figura 6.15: Idem figura 6.14, pero desde el eje de zona $[\bar{2}30]$. Solución para las fallas F_A . Continúa en la figura 6.16.

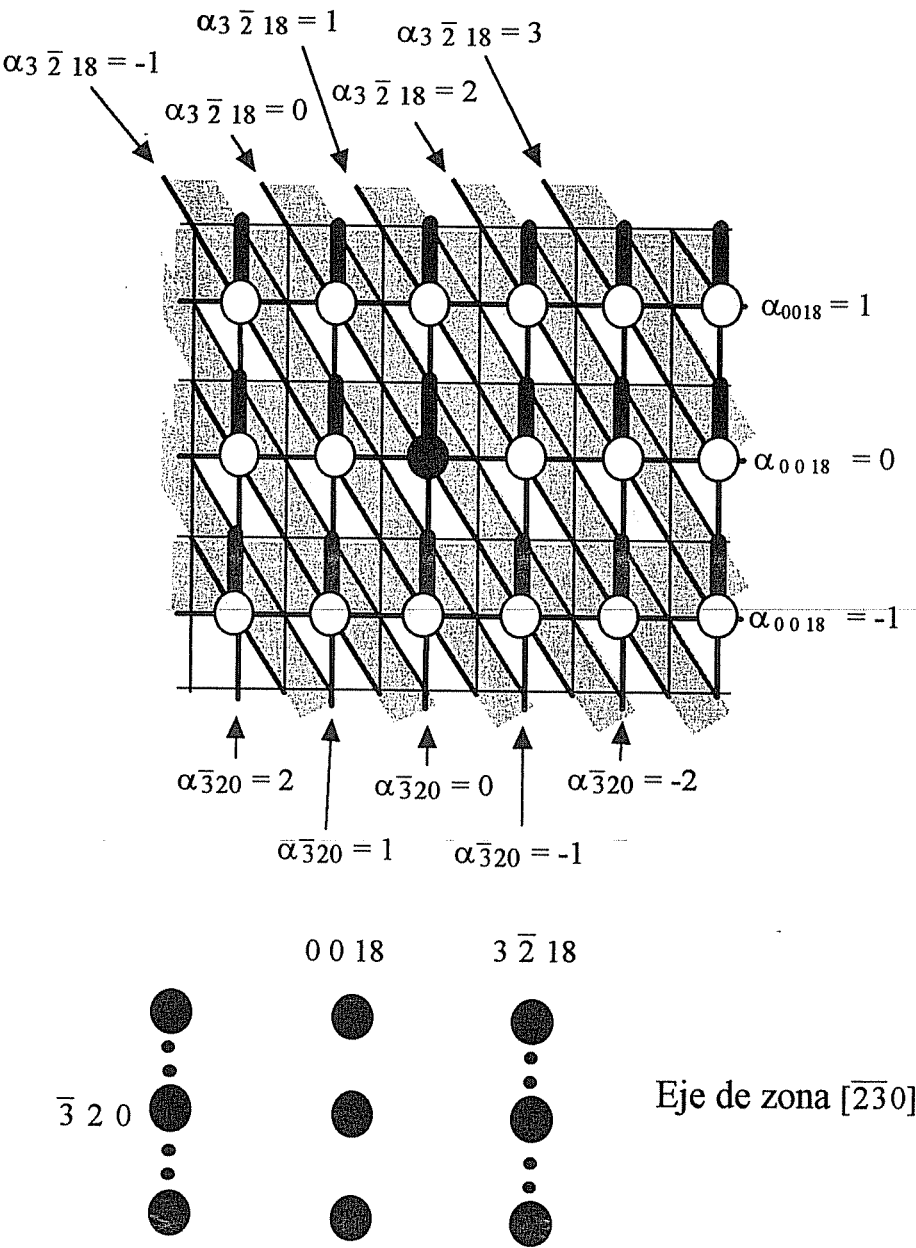
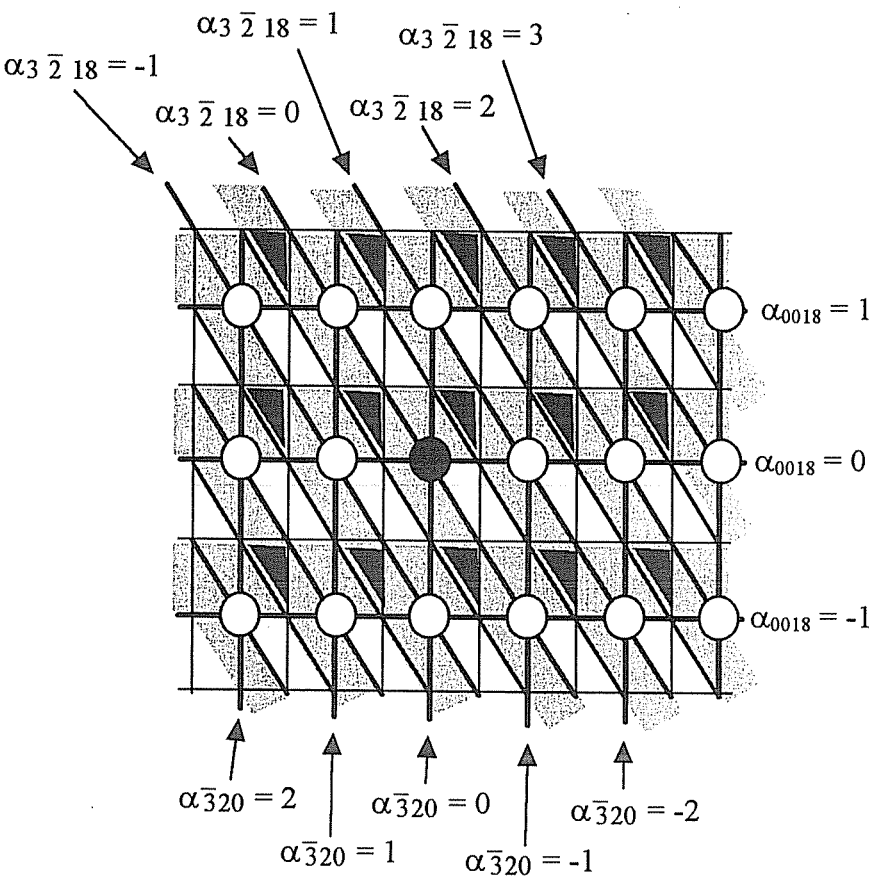


Figura 6.16: Continuación de la figura 6.15. Solución para las fallas F_B .



($\bar{1}28$) en la figura 6.14. La solución queda indeterminada por un vector paralelo al eje de zona $[210]$.

Para el caso $[230]$ las fallas se ven diferentes entre sí y por lo tanto analizaremos \vec{R}_A y \vec{R}_B por separado. Las soluciones para F_A y F_B se grafican en las figuras 6.15 y 6.16, respectivamente.

El vector $g = 0\ 0\ 18$ es común al caso anterior y como vimos la solución se encuentra en las bandas grises paralelas al plano basal para ambas fallas.

Falla F_A : La solución para la relación 6.13 está en los planos ($\bar{3}20$) (que son perpendiculares al basal). La intersección de estos planos con las zonas grises paralelas al plano basal da origen a las zonas indicadas por segmentos de trazo grueso en la figura 6.15. Esta solución satisface sin ninguna restricción la condición 6.15 cuyas bandas solución paralelas al plano ($3\bar{2}18$) también se indican en la misma figura. La solución para este caso queda indeterminada por un vector paralelo a $[230]$.

Falla F_B : Dentro de las zonas grises paralelas al plano basal con α_{0018} entre 0 y 0.5, sólo aquellas que posean $\alpha_{\bar{3}20}$ entre 0 y -0.5 (ec. 6.14) y $\alpha_{3\bar{2}18}$ entre 0 y -0.5 (ec. 6.16) son solución para F_B . Estas zonas tienen sección triangular indicadas con gris oscuro en la figura 6.16.

En resumen, encontramos la solución para \vec{R}_A y \vec{R}_B para el caso $[210]$ y $[230]$. Como la solución debe satisfacer ambos casos, buscaremos la intersección de las soluciones. Para ello debemos ver cómo se cruzan las dos soluciones encontradas. Con este fin analizaremos por separado cada “estrato” paralelo al plano basal cuyos rangos de α_{0018} valen $[n, n + 0.5]$. El esquema de la figura 6.17 muestra el “estrato” $[0, 0.5]$, mientras que la figura 6.18 corresponde a los “estratos” $[1, 1.5]$ y $[-1, -0.5]$. En cada uno se muestra un plano basal visto desde (001) en el cual se indican las direcciones $[210]$ y $[230]$ a lo largo de las cuales se extendían las soluciones de los casos $[210]$ y $[230]$, respectivamente. Los planos ($\bar{3}20$) están de canto y corresponden a la traza $[230]$. Los planos ($\bar{1}28$) no están de canto por lo cual se indican por dos trazos: el trazo lleno corresponde a $\alpha_{0018} = n$ y el punteado a $\alpha_{0018} = n + 1/2$ (está más arriba en el papel). Como el plano ($\bar{3}20$) es perpendicular al basal, su posición se mantiene fija en todos los “estratos”; en cambio el ($\bar{1}28$) por estar inclinado, tiene posición diferente.

α_{0018} entre $[0, 0.5]$: La figura 6.17 muestra las líneas de intersección entre los planos ($\bar{3}20$) y ($\bar{1}28$) indicadas por trazo grueso. Estas líneas indican la solución

Figura 6.17: Solución para el vector desplazamiento de las fallas NB. Los círculos indican los átomos en el plano basal. Se indican las direcciones $[210]$ y $[230]$ a lo largo de las cuales se extendían las soluciones parciales. Los planos $(\bar{3}20)$ están de canto. Los $(\bar{1}28)$ están inclinados: la línea punteada está más arriba que la línea llena. Continúa en la figura 6.18.

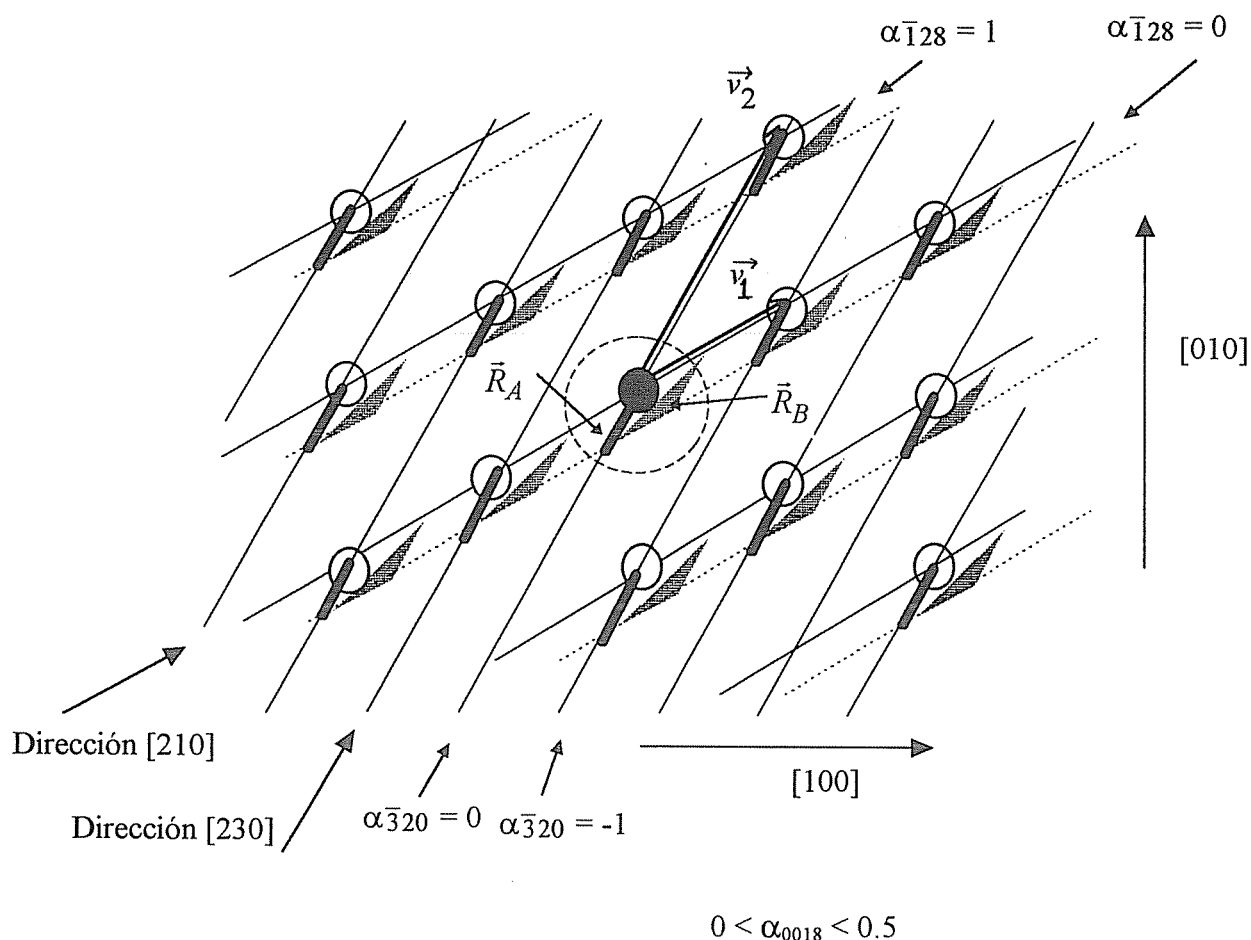
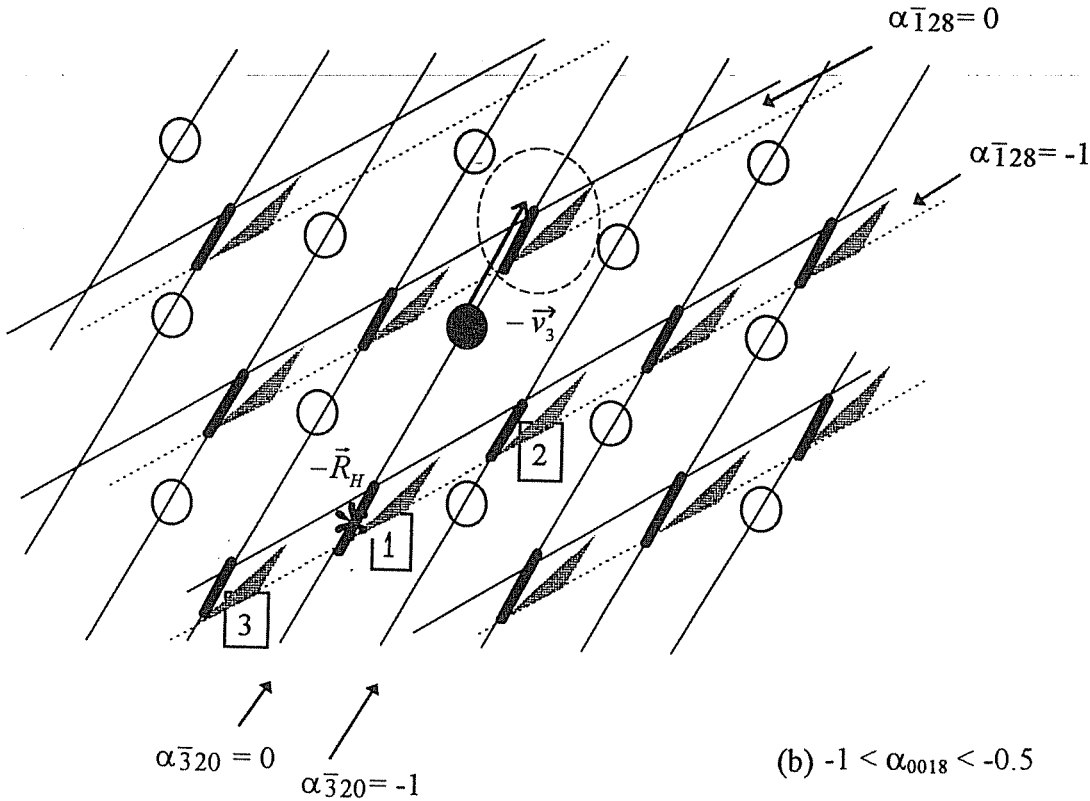
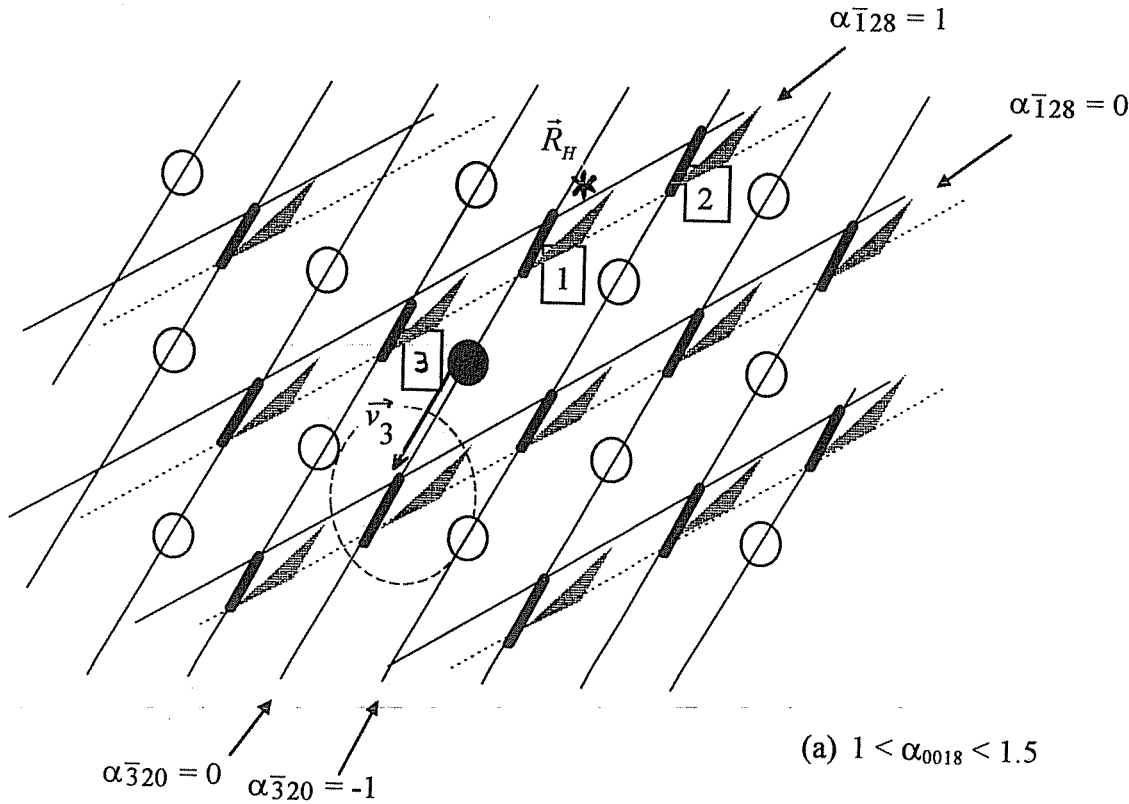


Figura 6.18: Continuación de la figura 6.17.



para las fallas F_A . Para las fallas F_B la solución es la intersección de los planos $(\bar{1}28)$ con las zonas de sección triangular en la dirección $[230]$. Esta solución es una superficie triangular en el plano $(\bar{1}28)$ que hemos pintado de gris. Más adelante analizaremos en detalle ambos resultados.

Ahora queremos analizar la red que forman las soluciones. Sabemos que si un vector \vec{R} es solución de los casos $[210]$ y $[230]$ entonces $\vec{R} + \eta_1[210]$ (con η_1 arbitrario) es solución del caso $[210]$. Para que sea también solución del caso $[230]$ debe cumplir:

$$\eta_1[210] \cdot (\bar{3}20) = n,$$

de donde resulta $\eta_1 = n/4$. Entonces, si \vec{R} es solución, $\vec{R} + \vec{v}_1$ con $\vec{v}_1 = \frac{1}{4}[210]$ también lo es.

Del mismo modo, $\vec{R} + \eta_2[230]$ (con η_2 arbitrario) es solución del caso $[230]$. Para que sea también solución del caso $[210]$ debe cumplir:

$$\eta_2[230] \cdot (\bar{1}28) = n,$$

de donde $\eta_2 = n/4$. Entonces, si \vec{R} es solución, $\vec{R} + \vec{v}_2$ con $\vec{v}_2 = \frac{1}{4}[230]$ también lo es.

Los dos vectores que forman la red de soluciones en cada “estrato” paralelo al plano basal son vectores de orden de la estructura. Como el orden no se ve con los \vec{g} analizados llegamos a la indeterminación característica de los vectores desplazamiento de las fallas de apilamiento.

α_{0018} entre $[1, 1.5]$: La figura 6.18(a) muestra el segundo “estrato” que es el correspondiente a este intervalo. Como vimos, los planos $(\bar{3} 2 0)$ quedan fijos (los átomos dibujados corresponden siempre al plano que pasa por el origen). En cambio el corte del plano $(\bar{1}28)$ se corre y mueve a las soluciones en un vector \vec{v}_3 que queremos determinar. Por geometría sabemos que $\vec{v}_3 = \frac{1}{18}[001] + \eta_3[230]$. Para determinar η_3 la condición es:

$$\vec{v}_3 \cdot (\bar{1}28) = 0,$$

de donde $\eta_3 = 1/9$ y $\vec{v}_3 = \frac{1}{18}[\bar{4}61]$.

Comparando las figuras 6.17 y 6.18(a), las soluciones en esta segunda capa tienen la misma distribución que en la primera pero desplazados un vector \vec{v}_3 . Este vector no es de orden pero cumple $\vec{v}_3 \cdot \vec{g} = n$ con cualquiera de los cinco \vec{g} analizados. En la capa correspondiente a α_{0018} entre $[-1, -0.5]$ las soluciones tienen la misma distribución que en la primera capa pero están desplazadas por un vector $-\vec{v}_3$ (fig. 6.18(b)).

Resumiendo, resulta que si el vector desplazamiento \vec{R} para una falla NB proporciona el contraste adecuado en los cinco casos analizados entonces $\vec{R} + \vec{v}$ también cumple las mismas condiciones, siendo:

$$\vec{v} = m_1 \vec{v}_1 + m_2 \vec{v}_2 + m_3 \vec{v}_3,$$

con m_i enteros y:

$$\begin{aligned}\vec{v}_1 &= \frac{1}{4}[210], \\ \vec{v}_2 &= \frac{1}{4}[230], \\ \vec{v}_3 &= \frac{1}{18}[4\bar{6}1].\end{aligned}\tag{6.17}$$

6.7.2 Determinación de los vectores de falla en función del parámetro α

Analizaremos ahora en detalle la zona indicada por el círculo en la figura 6.17. Como mencionamos anteriormente, la solución para F_A es un segmento de línea y para F_B un área triangular. A continuación determinaremos el valor de \vec{R}_A y \vec{R}_B en función de α .

Escribiremos \vec{R}_A de la siguiente manera:

$$\begin{aligned}\vec{R}_A &= \lambda_1 \vec{v}_3 + \lambda_2 \vec{v}_2, \\ \vec{R}_A &= \lambda_1 \frac{1}{18}[4\bar{6}1] + \lambda_2 \frac{1}{4}[230],\end{aligned}\tag{6.18}$$

donde el término proporcional a \vec{v}_3 describe el segmento de línea en la figura 6.17 y el término proporcional a \vec{v}_2 relaja la condición $\alpha_{\bar{1}28} = 0$. El valor de λ_1 depende de $\alpha_{0\ 0\ 18}$ a través de la condición:

$$\alpha_{0\ 0\ 18} = (0018) \cdot \vec{R}_A,$$

de donde surge que $\lambda_1 = \alpha_{0\ 0\ 18}$. El vector extra proporcional a \vec{v}_2 no altera el contraste producido por $\vec{g} = 0\ 0\ 18$, $\vec{g} = \bar{3}20$ y $\vec{g} = 3\ \bar{2}\ 18$, sólo modifica a $\alpha_{\bar{1}28}$ y $\alpha_{1\ \bar{2}\ 10}$. Para determinar λ_2 :

$$\alpha_{1\bar{2}8} = (1\bar{2}8) \cdot \vec{R}_A,$$

de donde $\lambda_2 = -\alpha_{1\bar{2}8}$.

Para determinar el valor de \vec{R}_B lo escribimos de la siguiente manera:

$$\begin{aligned}\vec{R}_B &= \lambda_3 \vec{v}_3 + \lambda_4 \vec{v}_1 + \lambda_5 \vec{v}_2, \\ \vec{R}_B &= \lambda_3 \frac{1}{18}[4\bar{6}1] + \lambda_4 \frac{1}{4}[210] + \lambda_5 \frac{1}{4}[230],\end{aligned}\tag{6.19}$$

donde λ_3 depende de α_{0018} , λ_5 relaja la condición de $\alpha_{\bar{1}28} = 0$ como en el caso anterior y el término nuevo con dirección \vec{v}_1 ajusta el contraste para $\alpha_{\bar{3}20}$. Los valores de λ_3 , λ_4 y λ_5 salen de plantear las ecuaciones correspondientes:

$$\begin{aligned} (0018) \cdot \vec{R}_B &= \alpha_{0018} \Rightarrow \lambda_3 = \alpha_{0018}, \\ (3\bar{2}0) \cdot \vec{R}_B &= \alpha_{3\bar{2}0} \Rightarrow \lambda_4 = \alpha_{3\bar{2}0}, \\ (1\bar{2}8) \cdot \vec{R}_B &= \alpha_{1\bar{2}8} \Rightarrow \lambda_5 = -\alpha_{1\bar{2}8}. \end{aligned}$$

Resumiendo, el valor para \vec{R}_A y \vec{R}_B en la zona encerrada por un círculo en la figura 6.17 es:

$$\begin{aligned} \vec{R}_A &= \alpha_{0018} \vec{v}_3 - \alpha_{1\bar{2}8} \vec{v}_2 = \\ &= \alpha_{0018} \frac{1}{18} [\bar{4}61] - \alpha_{1\bar{2}8} \frac{1}{4} [230], \\ \vec{R}_B &= \alpha_{0018} \vec{v}_3 + \alpha_{3\bar{2}0} \vec{v}_1 - \alpha_{1\bar{2}8} \vec{v}_2 = \\ &= \alpha_{0018} \frac{1}{18} [\bar{4}61] + \alpha_{3\bar{2}0} \frac{1}{4} [210] - \alpha_{1\bar{2}8} \frac{1}{4} [230], \end{aligned} \tag{6.20}$$

con $|\alpha| < 0.5$.

6.8 Ajuste de los valores de α

Vimos que para determinar \vec{R}_A y \vec{R}_B necesitamos conocer α_{0018} , $\alpha_{1\bar{2}8}$ y $\alpha_{3\bar{2}0}$. Estos valores están relacionados con $\alpha_{1\bar{2}10}$ y $\alpha_{3\bar{2}18}$ por medio de las relaciones 6.5 y 6.8.

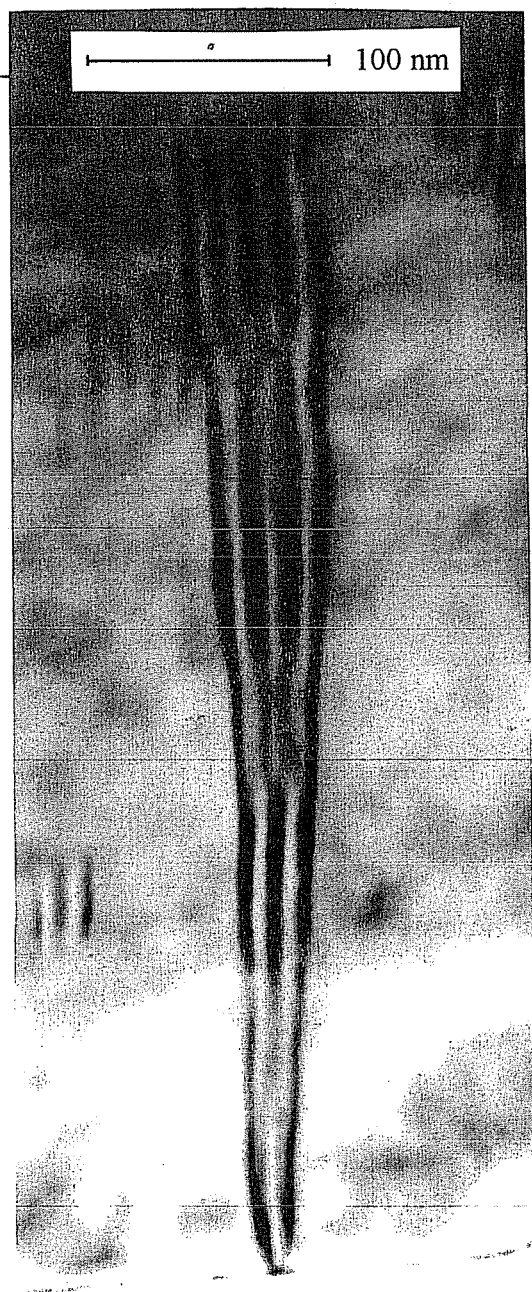
Determinaremos primero el valor de α_{0018} . La figura 6.19 muestra un detalle de una falla NB de la figura 6.9(a). En ella se observa que las franjas que aparecen al variar el espesor nacen en el centro, lo que nos indica que $|\alpha|$ no está muy cerca de 0.5. Para ajustar α hemos considerado $\mathcal{A} = 0.07$ y $w = 0.1$. De acuerdo al número de franjas deducimos que el espesor varía desde $1.5\xi_g$ hasta $4.5\xi_g$. Para este caso encontramos que el α que mejor ajusta es $\alpha_{0018} = -0.25 \pm 0.10$.

En la figura 6.20 se muestra un detalle de otra falla obtenida con $\vec{g} = 0018$ y $\vec{h} \sim \vec{n} \sim [010]$. Considerando el mismo \mathcal{A} y $w = 0$ resulta $\alpha_{0018} = 0.35 \pm 0.10$. La diferencia con la falla de la figura 6.19 puede deberse a que cada caso corresponde a una falla de distinto tipo.

Del análisis con este vector de difracción $\pm \vec{g} = 0018$, resulta que las mismas fallas son útiles para determinar el espesor del material.

A continuación determinaremos los valores de α para los demás \vec{g} , analizando el contraste en las imágenes de la figura 6.12. Como se observa, en todos los casos

Figura 6.19: Simulación de una falla NB en 18R. Detalle de la figura 6.9. Plano de falla: $(\bar{2}39)$, t desde 1.5 hasta $4.5 \xi_g$, $\alpha = -0.25$.



$$\bar{g} = 00\bar{1}8 \quad \bar{h} \approx [\bar{2}\bar{1}0]$$

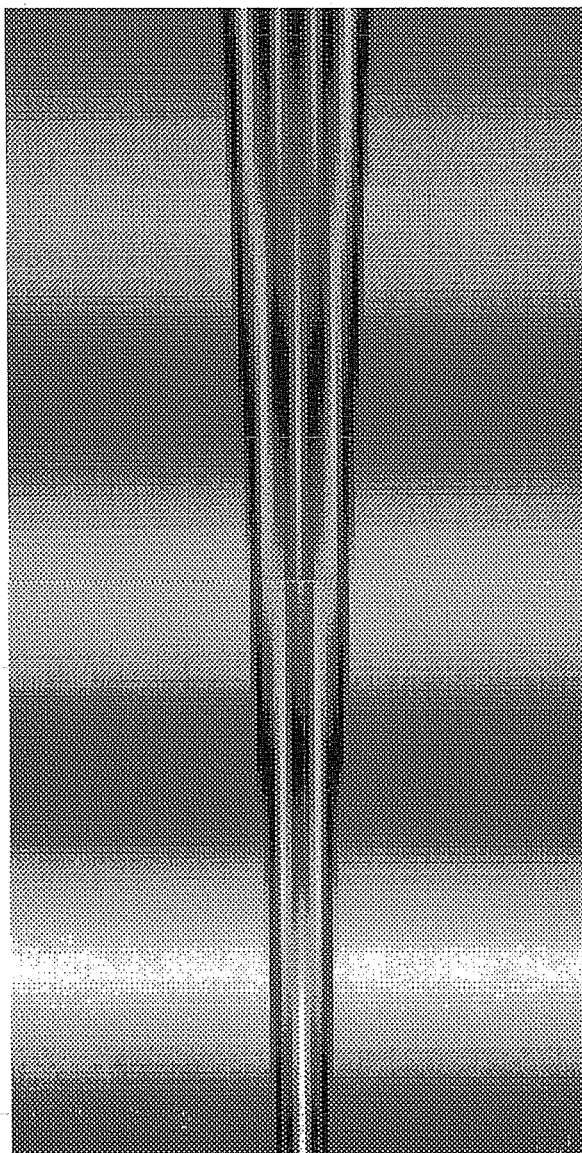
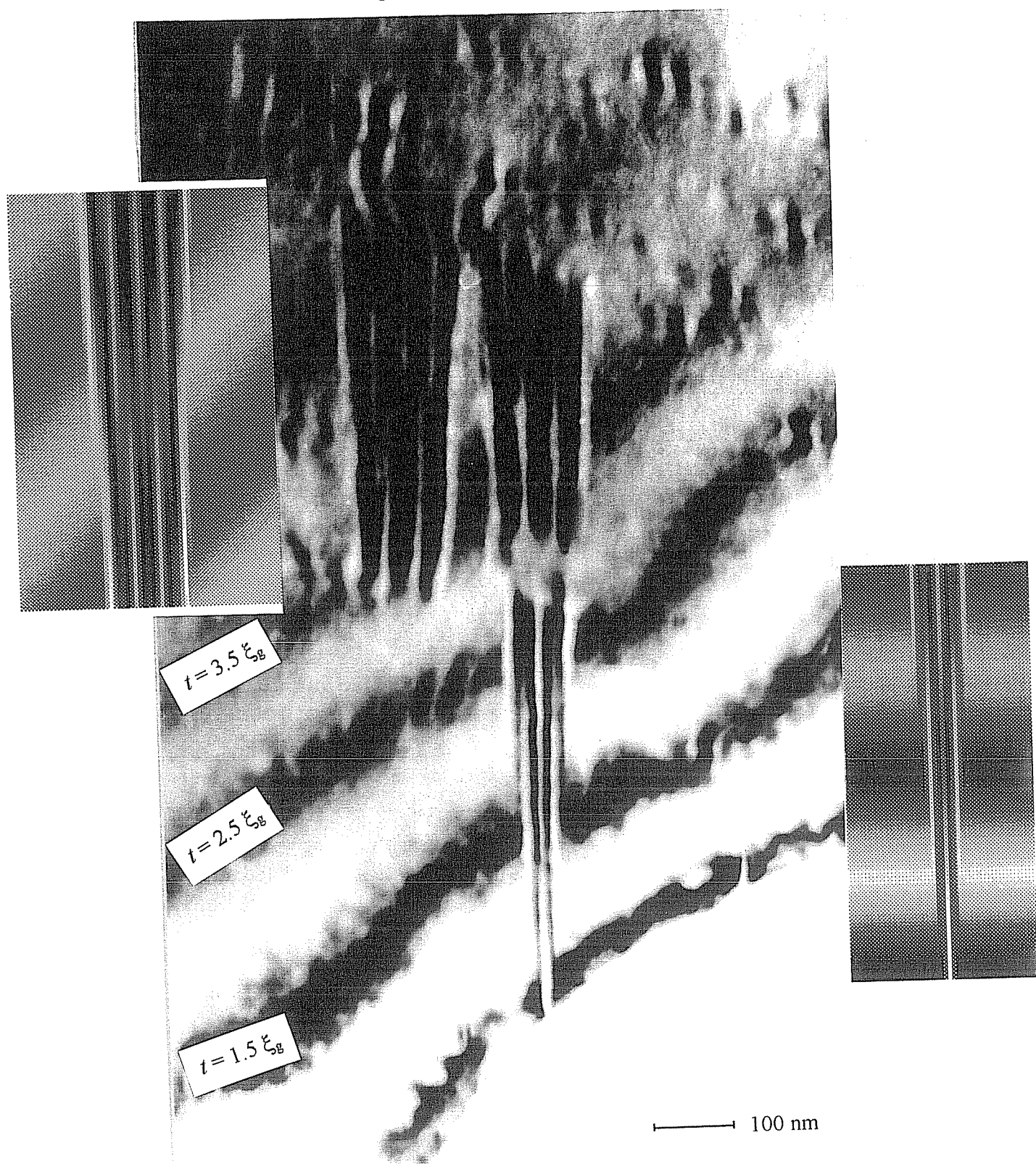


Figura 6.20: Simulación de una falla NB en 18R. Plano de falla: $(\bar{2}39)$, $\alpha = 0.35$.

$$\bar{g} = 0018 \quad \bar{h} \approx [010]$$



el espesor se mantiene constante. La tabla 6.3 muestra los valores que se utilizaron para la simulación de las imágenes en la figura 6.12 y el α que brinda un mejor ajuste. Las simulaciones correspondientes a detalles ampliados de la figura 6.12 se presentan en la figura 6.21 (la imagen con $\vec{g} = 1\bar{2}\bar{8}$ no fue simulada). En estas imágenes no se simuló la unión entre fallas y por eso se observa un corte en el medio. En el próximo capítulo analizaremos las dislocaciones que aparecen en los extremos y en la intersección de las fallas.

Tabla 6.3 Parámetros que se utilizaron para la simulación de las imágenes en la figura 6.21. Los valores de α son los encontrados que brindan un mejor ajuste¹. $\vec{n} = (3.655, 2.878, 6.438)$ (red recíproca).

\vec{g}	\mathcal{A}	w	t_{eff}	\vec{h} (red real)	$\alpha(F_A)$	$\alpha(F_B)$
0 0 18	0.08	0	7.5	(0.093, 0.171, 0)	0.25	0.40
$\bar{1}2\bar{1}0$	0.07	0	4.5	(0.206, 0.083, -0.004)	0.36	0.36
$\bar{3} 2 0$	0.086	0.3	3.5	(0.110, 0.165, -0.002)	0	-0.25
$3 \bar{2} 18$	0.095	0.3	2.5	(0.118, 0.159, -0.002)	0.25	-0.35

Se puede verificar que los α encontrados satisfacen la relación 6.8. De la relación 6.5 obtenemos $\alpha_{1\bar{2}\bar{8}} = -\alpha_{0018} - \alpha_{\bar{1}2\bar{1}0}$. Para aplicarla con los resultados de la tabla 6.3 debemos recordar que en la imagen con $\vec{g} = \bar{1}2\bar{1}0$ las fallas NB están vistas “desde abajo” y por lo tanto debemos cambiarle el signo. Entonces:

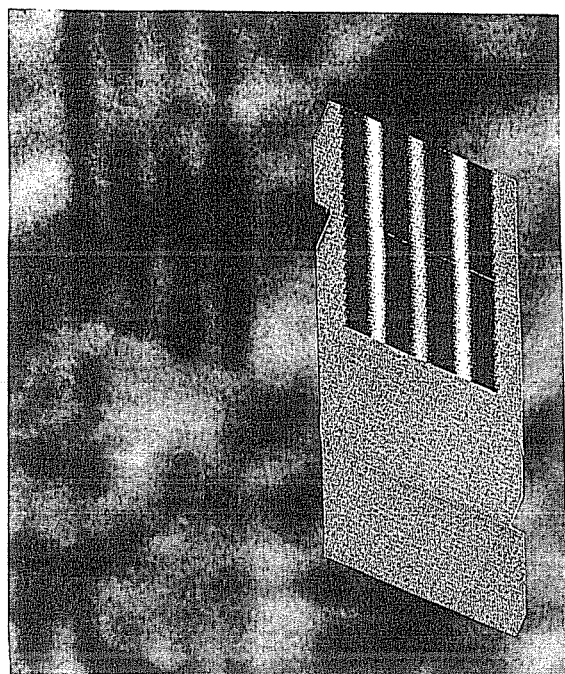
$$\begin{aligned}\alpha_{1\bar{2}\bar{8}}(F_A) &= -0.25 + 0.36 = 0.11, \\ \alpha_{1\bar{2}\bar{8}}(F_B) &= -0.40 + 0.36 = -0.04,\end{aligned}$$

satisfaciéndose la condición 6.9.

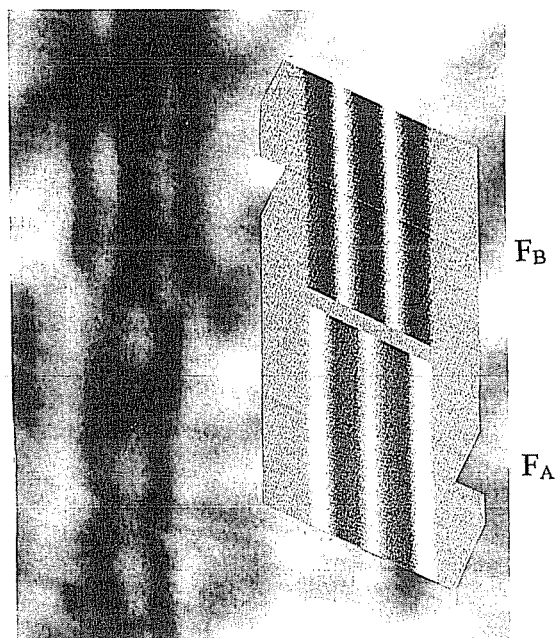
Como resultado de varios ajustes hemos determinado un rango para cada α y para cada falla que cualitativamente brinda un contraste aceptable como indica la tabla 6.4.

¹Debe tenerse presente que para el caso con $\vec{g} = \bar{1} 2 \bar{1}0$ las fallas están vistas “desde abajo”.

Figura 6.21: Simulación de las dos clases de fallas NB en 18R. Detalles de la figura 6.12. Plano de falla: $(\bar{2}39)$, el resto de los parámetros se detallan en la tabla 6.3 del texto.

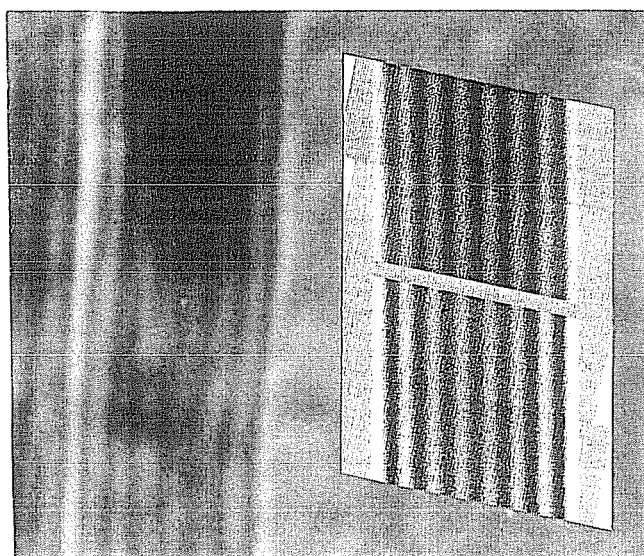


(a) $\bar{g} = \bar{3}20$

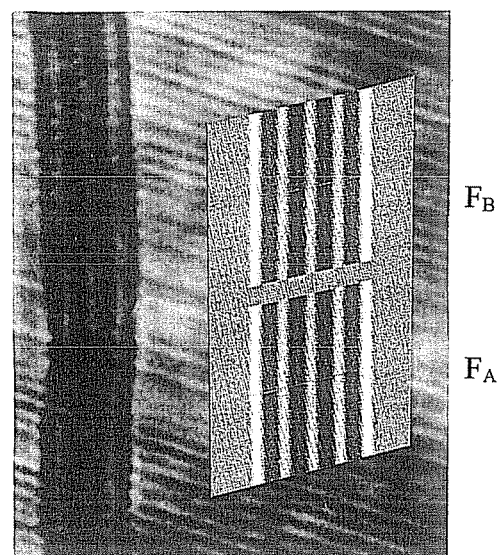


(b) $\bar{g} = 3\bar{2}18$

100 nm



(c) $\bar{g} = 0018$



(d) $\bar{g} = \bar{1}2\bar{1}0$

Tabla 6.4 Rango dentro de los cuales se encuentran los valores de α para cada tipo de falla NB vistas “desde arriba”.

	F_A	F_B
α_{0018}	[0.20, 0.35]	[0.25, 0.45]
$\alpha_{1\bar{2}10}$	[0.30, 0.40]	[0.30, 0.40]
$\alpha_{\bar{3}20}$	[-0.05, 0.05]	[-0.20, -0.35]
$\alpha_{3\bar{2}18}$	[0.20, 0.35]	[-0.25, -0.40]
$\alpha_{1\bar{2}8}$	[0, 0.15]	[-0.05, 0.05]

Para la consistencia de los resultados se deben ajustar dentro de estos rangos las relaciones 6.5 y 6.8. Estos valores de α son los que se deben usar en la fórmula 6.20 para determinar el valor de \vec{R}_A y \vec{R}_B .

Si reemplazamos los valores hallados de α (tabla 6.4) en la expresión para \vec{R}_A y \vec{R}_B (6.20) obtendremos el resultado que se muestra en la figura 6.22. En ésta se grafica en detalle la zona solución cercana al origen en la figura 6.17. Cada punto en esta zona posee distintos valores de α para cada \vec{g} . Resaltamos aquellos que satisfacen los valores de la tabla 6.4. Por medio de un reticulado hemos indicado cómo varía cada α en función de la posición. Las líneas del reticulado correspondientes a α_{0018} son paralelas a \vec{v}_1 y la distancia entre dos consecutivas es $\alpha_{0018} = 0.1$ (desde 0 hasta 0.5). En el caso de $\alpha_{\bar{3}20}$ las líneas son paralelas a \vec{v}_3 con una distancia entre consecutivas de $\alpha_{\bar{3}20} = 0.1$ (desde -0.5 hasta 0). $\alpha_{3\bar{2}18}$ se obtiene calculando en cada posición $\alpha_{0018} - \alpha_{\bar{3}20}$ y en la figura se indica el rango de 0 a 1. Todos estos valores se conservan si a la solución en el plano $\bar{1}28$ se le agrega cualquier vector en la dirección de \vec{v}_2 . De ese modo pueden ajustarse además los valores de $\alpha_{1\bar{2}8}$ y $\alpha_{1\bar{2}10}$.

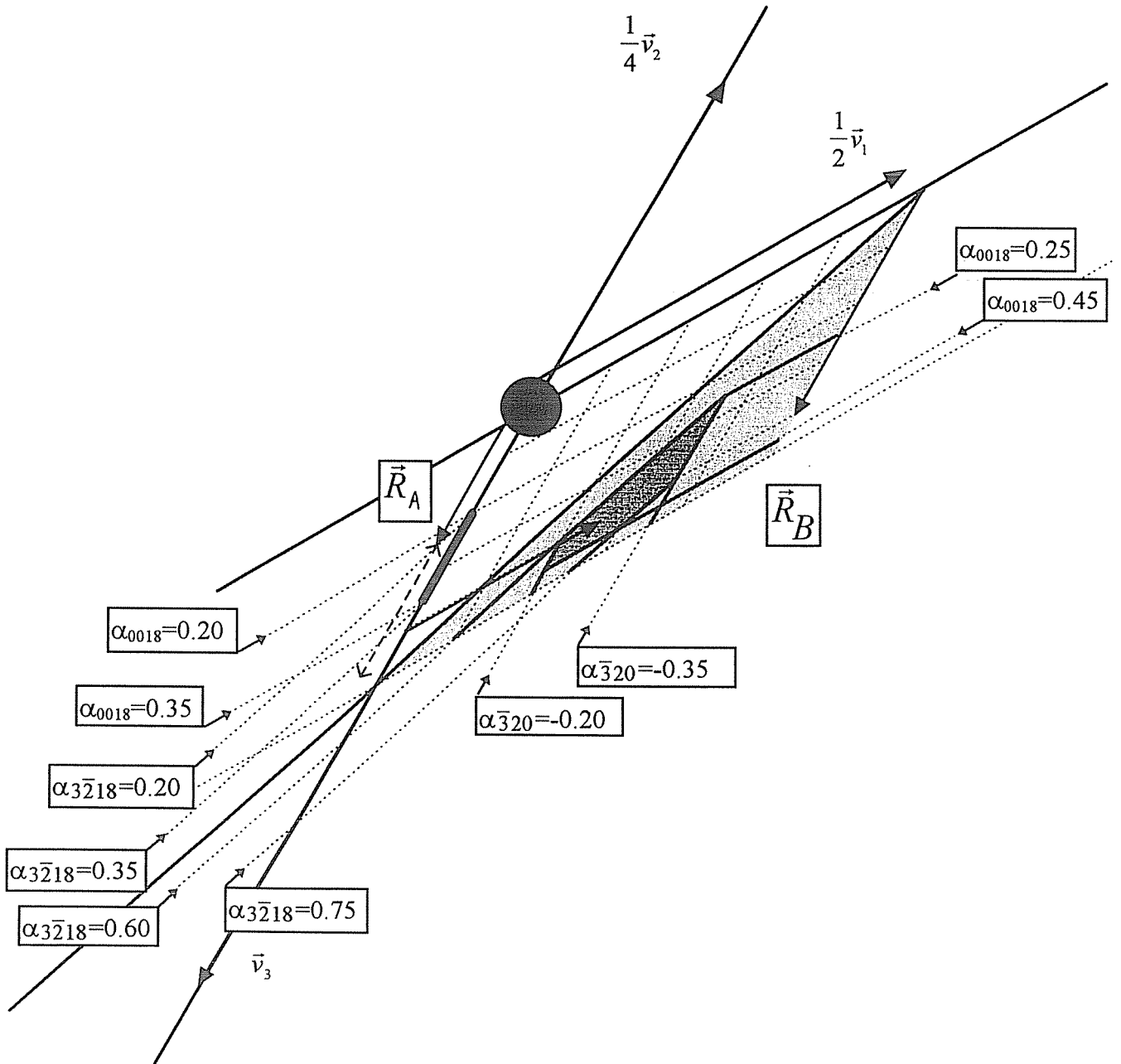
- Para \vec{R}_A : la solución es un segmento de \vec{v}_3 indicado por una flecha que cae dentro del rango $0.20 < \alpha_{0018} < 0.35$. A este vector se le debe sumar otro con dirección igual a \vec{v}_2 (paralelo al papel) indicado por flecha de trazos. Reemplazando los resultados indicados en la tabla 6.3 en la ecuación 6.20 obtenemos el valor:

$$\vec{R}_A = -0.11[100] - 0.16[010] + 0.014[001] + \vec{v}, \quad (6.21)$$

donde \vec{v} es un vector de la red de soluciones 6.17.

- Para \vec{R}_B : la solución se encuentra en el área del plano $\bar{1}28$ resaltada en gris oscuro en la figura 6.22. A esta solución se llega sumando dos vectores, uno paralelo a \vec{v}_3 y otro paralelo a \vec{v}_1 . El vector paralelo a \vec{v}_3 se indica en el extremo de $\frac{1}{2}\vec{v}_1$ (para no confundirlo con \vec{R}_A) marcando el rango en

Figura 6.22: Ajuste del vector desplazamiento para cada clase de falla NB. Detalle de la zona indicada por un círculo en la figura 6.17. La zona solución para \vec{R}_A cae en una línea paralela a \vec{v}_3 y para \vec{R}_B en una superficie triangular en el plano $(\bar{1}28)$ inclinado respecto al papel. Para cada solución se indican las cotas.



el que puede variar $0.20 < \alpha_{0018} < 0.45$. El segundo vector paralelo a \vec{v}_1 es el que llega hasta la zona resaltada y también se indica el rango en el que puede variar $-0.35 < \alpha_{\bar{3}20} < -0.20$. Estos dos rangos determinan un área de soluciones a la cual le aplicamos además la condición de $\alpha_{3\bar{2}18}$ también indicada en la figura: $0.60 < \alpha_{3\bar{2}18} < 0.75$ que es equivalente a $-0.40 < \alpha_{\bar{3}\bar{2}18} < -0.25$. Como resultado se obtiene la zona indicada por gris oscuro. Para ajustar $\alpha_{1\bar{2}8}$ y $\alpha_{1\bar{2}10}$, se procede como en el caso de \vec{R}_A agregando un vector paralelo a \vec{v}_2 (no indicado en la figura por razones de espacio). Para las imágenes de la figura 6.12 resulta:

$$\vec{R}_B = 0.06[100] - 0.04[010] + 0.022[001] + \vec{v}, \quad (6.22)$$

donde \vec{v} es un vector de la red de soluciones 6.17.

En la figura 6.22 puede observarse que los dos vectores de falla poseen una componente parecida en $[001]$. También puede observarse que $\alpha_{3\bar{2}18}$ es positivo para \vec{R}_A , y para \vec{R}_B el valor es equivalente a $\alpha_{3\bar{2}18}$ negativo. Para \vec{R}_A $\alpha_{\bar{3}20} = 0$ y para \vec{R}_B $\alpha_{\bar{3}20}$ es negativo. En el próximo capítulo acotaremos los valores de \vec{v} en las ecuaciones 6.21 y 6.22.

Capítulo 7

Relajación atómica en las fallas NB en 18R

7.1 Determinación de la relajación para F_o y F_x

A partir del vector desplazamiento de las fallas NB determinaremos el valor de la relajación en las mismas por medio de las ecuaciones 6.1 que reescribimos:

$$\begin{aligned}\vec{R}_o &= -\vec{R}_H + \vec{\varepsilon}_o, \\ \vec{R}_x &= \vec{R}_H + \vec{\varepsilon}_x,\end{aligned}\tag{7.1}$$

donde \vec{R}_o y \vec{R}_x son los vectores desplazamiento de las fallas NB, y \vec{R}_H corresponde a la falla de apilamiento de basal hexagonal (ver fig. 6.10). \vec{R}_o y \vec{R}_x corresponden a \vec{R}_A y \vec{R}_B , pero no conocemos de qué modo, por lo tanto trabajaremos con las dos posibilidades. El vector relajación $\vec{\varepsilon}$ es análogo a un vector de Burgers y no queda indeterminado por un vector de traslación como el vector desplazamiento.

Para determinar $\vec{\varepsilon}$, que es la diferencia entre el vector desplazamiento de las fallas NB y las fallas basales, hemos marcado $\vec{R}_H = \frac{1}{18}[691] + \frac{2}{3}\rho[100]$ y $-\vec{R}_H$ en la red de soluciones (indicado con un asterisco en las figs. 6.18(a) y (b), respectivamente). Como $\vec{\varepsilon}_x$ lo medimos a partir de \vec{R}_H , buscamos el vector de falla más próximo a \vec{R}_H . A este vector lo hemos indicado con el número 1 en la figura 6.18(a) y lo expresamos del siguiente modo:

$$\vec{R}_x^0 = \vec{R}_{\beta A} + \vec{v}_3 + \vec{v}_2.\tag{7.2}$$

A $\vec{\varepsilon}_o$ lo medimos a partir de $-\vec{R}_H$, entonces el vector más próximo a $-\vec{R}_H$ que cae en la zona 1 en la figura 6.18(b) es:

$$\vec{R}_o^0 = \vec{R}_{\beta B} - \vec{v}_3 - \vec{v}_2,\tag{7.3}$$

donde $\overrightarrow{R_{A,B}}$ es $\overrightarrow{R_A}$ ó $\overrightarrow{R_B}$ (6.20) y los $\overrightarrow{v_i}$ están dados en 6.17. Entonces, podemos escribir la solución general a partir de la más pequeña:

$$\overrightarrow{R_o} = \overrightarrow{R_o^0} + \overrightarrow{v_o}, \quad (7.4)$$

$$\overrightarrow{R_x} = \overrightarrow{R_x^0} + \overrightarrow{v_x}, \quad (7.5)$$

donde $\overrightarrow{v_o}$ y $\overrightarrow{v_x}$ son dos vectores de traslación en la red de soluciones (ecs. 6.17). Hemos considerado a $\overrightarrow{R_H} = \frac{1}{18}[691] + \frac{2}{3}\rho[100]$, a $\overrightarrow{R_A}$ y $\overrightarrow{R_B}$ dados por la ecuación 6.20 con $|\alpha_i| < 0.5$, y la indeterminación de los vectores desplazamiento la hemos formalizado a través de $\overrightarrow{v_o}$ y $\overrightarrow{v_x}$. Reemplazando las ecuaciones 7.4 y 7.5 en las 7.1 resulta:

$$\overrightarrow{\varepsilon_o} = \overrightarrow{R_o^0} + \overrightarrow{R_H} + \overrightarrow{v_o}, \quad (7.6)$$

$$\overrightarrow{\varepsilon_x} = \overrightarrow{R_x^0} - \overrightarrow{R_H} + \overrightarrow{v_x}.$$

Si $\overrightarrow{v_o}$ y $\overrightarrow{v_x}$ son nulos entonces la relajación es la más pequeña posible (por construcción de $\overrightarrow{R_x^0}$ y $\overrightarrow{R_o^0}$). Para escribir explícitamente los vectores de las fórmulas 7.6 es necesario saber cómo se corresponden $\overrightarrow{R_A}$ y $\overrightarrow{R_B}$ con $\overrightarrow{R_o}$ y $\overrightarrow{R_x}$. Como lo desconocemos, trabajaremos con las dos posibilidades:

$$\text{caso 1 : } F_A = F_o \text{ y } F_B = F_x, \quad (7.7)$$

$$\text{caso 2 : } F_A = F_x \text{ y } F_B = F_o.$$

Reemplazando 7.2 y 7.3 en 7.6 resulta:

caso 1:

$$\overrightarrow{\varepsilon_o^A} = \overrightarrow{V_0} + \overrightarrow{R_A} + \overrightarrow{v_o}, \quad (7.8)$$

$$\overrightarrow{\varepsilon_x^B} = -\overrightarrow{V_0} + \overrightarrow{R_B} + \overrightarrow{v_x}, \quad (7.9)$$

caso 2:

$$\overrightarrow{\varepsilon_o^B} = \overrightarrow{V_0} + \overrightarrow{R_B} + \overrightarrow{v_o}, \quad (7.10)$$

$$\overrightarrow{\varepsilon_x^A} = -\overrightarrow{V_0} + \overrightarrow{R_A} + \overrightarrow{v_x}, \quad (7.11)$$

donde $\overrightarrow{V_0} = \overrightarrow{R_H} - \overrightarrow{v_2} - \overrightarrow{v_3}$ agrupa a los vectores que son fijos y vale:

$$\overrightarrow{V_0} = \frac{1}{36}[230] + \frac{2}{3}\rho[100]. \quad (7.12)$$

El valor de ρ depende de la distorsión tetragonal (1.4).

A continuación haremos un análisis para los posibles valores de \vec{v}_x y \vec{v}_o . Si la relajación tiene componente positiva en la dirección de la normal al plano de falla, que es el plano $(\bar{2}39)$, resulta:

$$(\bar{2}39) \cdot \vec{\epsilon} > 0, \quad (7.13)$$

esto significa que la relajación tiende a juntar las partes; en el caso contrario tiende a separarlas. Por las características de las fallas F_o y F_x (fig. 3.4) esperamos que la relajación tienda a juntar a las primeras y a separar a las segundas.

En la figura 6.4 vimos que una falla de apilamiento de plano basal desplaza a los planos $(\bar{1}28)$ en $\frac{1}{9}d_{\bar{1}28}$. Este desplazamiento es heredado por las fallas NB como muestra la figura 7.1. Los planos indicados como SR corresponden al caso en que no hay relajación. Los planos R muestran la relajación de modo que $\alpha_{\bar{1}28} = 0$. Notemos que un ajuste del orden de $\frac{1}{9}d_{\bar{1}28}$ es razonable. Para un ajuste grueso consideraremos al plano $(\bar{1}28)$ para la condición 7.13. Teniendo en cuenta que $\alpha_{\bar{1}28} = (\bar{1}28) \cdot \vec{R}_{A,B} \approx 0$ (tabla 6.4) y que:

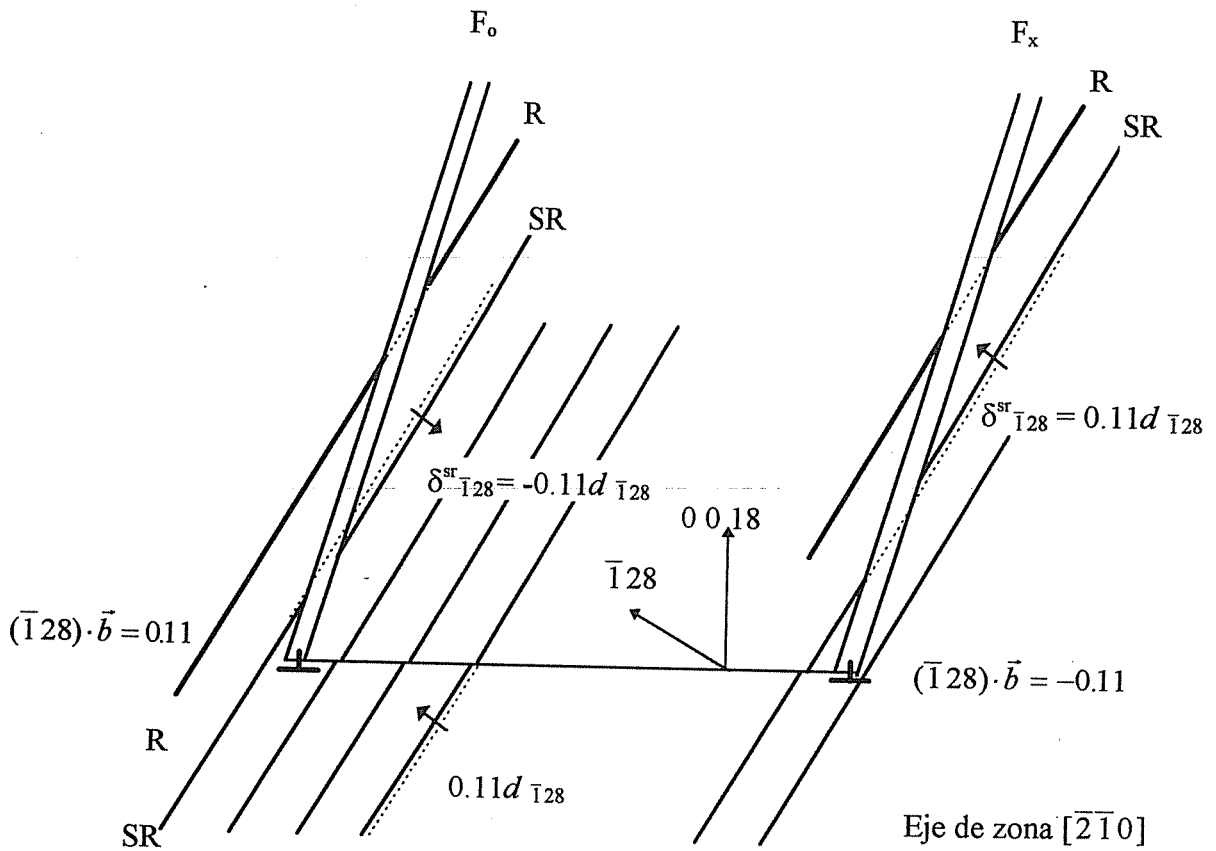
$$(\bar{1}28) \cdot \vec{V}_0 \approx 0.11, \quad (7.14)$$

resulta:

$$\begin{aligned} (\bar{1}28) \cdot \vec{\epsilon}_o &= \frac{1}{9} + (\bar{1}28) \cdot \vec{v}_o, \\ (\bar{1}28) \cdot \vec{\epsilon}_x &= -\frac{1}{9} + (\bar{1}28) \cdot \vec{v}_x. \end{aligned} \quad (7.15)$$

Si \vec{v}_o y \vec{v}_x son nulos se cumple la condición 7.13 para F_o y la opuesta para F_x . El desplazamiento de $\frac{1}{9}d_{\bar{1}28}$ aporta un pequeño ajuste suficiente para acomodar la separación de las partes en las fallas. Si \vec{v}_o ó \vec{v}_x tienen sólo componente en \vec{v}_1 , este resultado no se altera ($\vec{v}_1 \cdot (\bar{1}28) = 0$). Si en cambio \vec{v}_o ó \vec{v}_x tuvieran componente en \vec{v}_2 , esta relajación sería tan grande (~ 1) que habría planos $(\bar{1}28)$ extra o faltantes en los extremos de las fallas. A esta posibilidad la descartamos por motivos que detallaremos en el próximo capítulo a partir de observaciones por microscopía electrónica de alta resolución HRTEM. Lo mismo haremos con una componente en \vec{v}_3 debido a que provocaría una relajación diferente en $[001]$ que implicaría planos basales extra en los extremos de las fallas. De este análisis llegamos a concluir que la solución debe encontrarse entre las numeradas 1, 2 y 3 en las figuras 6.18(a) y (b), es decir que \vec{v}_o y \vec{v}_x pueden cada uno ser nulos o paralelos a \vec{v}_1 .

Figura 7.1: Desplazamiento de los planos $(\bar{1}28)$ que produce una falla basal hexagonal y heredan las fallas NB (planos SR). La relajación atómica en las fallas NB es tal que estos planos cruzan el defecto sin distorsionarse (planos R).



7.2 Análisis de las dislocaciones en los extremos de las fallas NB

Para estudiar las dislocaciones en los extremos de las fallas debemos tener presente, según el análisis cristalográfico, que además de la relajación establecida en la sección anterior, hay que considerar las dislocaciones $\vec{b}_{1/3} = (\frac{1}{3} - 2\rho)[100]$ (figs. 6.1(g) y (h)) que aparecen si las fallas NB son originadas por fallas basales dobles.

Si las fallas NB son producidas por fallas de apilamiento hexagonales simples, tenemos las configuraciones de las figuras 6.1(a) y (b). Como vimos en la figura 6.10, las dislocaciones que aparecen en ese caso son $\pm\vec{\epsilon}_x$ y $\pm\vec{\epsilon}_o$, respectivamente. En la figura 7.2(a) y (b) redibujamos estas configuraciones vistas desde $[230]$. Esto correspondería a ver las configuraciones de la figura 6.1 desde el otro lado del papel y rotadas 180° . En el primer proceso las dislocaciones cambian de signo y en el segundo no, sólo intercambian su lugar.

Si en cambio las mismas fallas son producidas por fallas de apilamiento hexagonales dobles, surgen las configuraciones de las figuras 6.1(g) y (h). A éstas las redibujamos en las figuras 7.2(c) y (d). Es decir que las dislocaciones posibles para F_o y F_x son:

$$\begin{aligned} \text{Para } F_o &: \vec{\epsilon}_o \text{ y } \vec{\epsilon}_o + \vec{b}_{1/3}, \\ \text{Para } F_x &: \vec{\epsilon}_x \text{ y } \vec{\epsilon}_x - \vec{b}_{1/3}, \end{aligned} \tag{7.16}$$

donde $\vec{\epsilon}_o$ y $\vec{\epsilon}_x$ están dados por 7.8 y 7.9 ó 7.10 y 7.11. En la figura 7.2(e) graficamos un caso que muestra cómo una falla NB puede poseer diferentes dislocaciones en sus extremos.

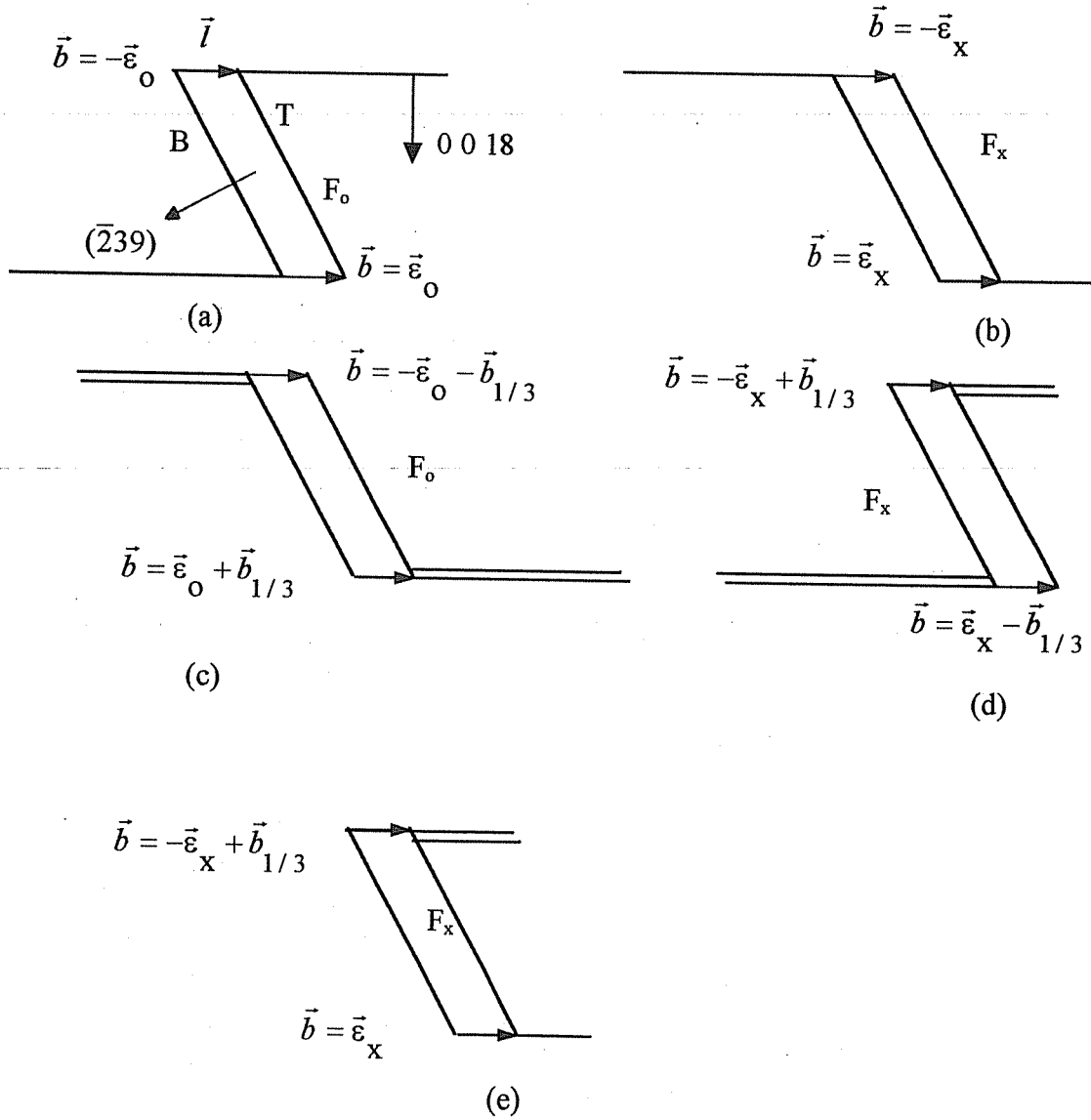
Al considerar el origen de una falla NB, suponemos que puede deberse a fallas basales simples y dobles. Cristalográficamente, las fallas basales triples no producen fallas NB pero sí pueden terminar en una de éstas agregando una dislocación $\vec{b}_{1/3}$ y sin transformarla. No consideramos fallas cuádruples ni superiores. Por resultados de HRTEM (Capítulo 8), si bien hemos encontrado fallas múltiples (>2), no hemos observado que interactúen con las NB.

El contraste de las dislocaciones no depende únicamente del producto escalar $\vec{g} \cdot \vec{b}$ donde \vec{b} es el vector de Burgers. Dos dislocaciones pueden tener el mismo $\vec{g} \cdot \vec{b}$ pero producir contrastes diferentes. Esto se debe a que el material no es elásticamente isotrópico y por lo tanto las deformaciones dependen de la ubicación de la dislocación en la estructura.

De los vectores de difracción analizaremos sólo $\pm\vec{g} = \bar{3}20$ y $\pm\vec{g} = 3\bar{2}18$ debido a que para estos casos las fallas basales son prácticamente

Figura 7.2: Dislocaciones en los extremos de las fallas NB. Vista desde el eje de zona [230].

$$\vec{b}_{1/3} = \left(\frac{1}{3} - 2\delta\right)[100] .$$



invisibles. El $\pm \vec{g} = 0018$ no es muy útil porque todas las posibles dislocaciones poseen un valor de $\vec{g} \cdot \vec{b}$ parecido, y si bien el material es anisotrópico, las diferencias en el contraste no son sustanciales. A continuación, determinaremos $\vec{g} \cdot \vec{b}$ para cada una de las posibles soluciones.

En las tablas 7.1, 7.2, 7.3 y 7.4 se indican los valores de las dislocaciones 7.16 calculados a partir de 7.8, 7.9, 7.10 y 7.11 para los valores de \vec{R}_A y \vec{R}_B de 6.21 y 6.22, y considerando: $\rho = 0.026 \pm 0.012$ y $b_{1/3} = 0.28 [100]$. Para cada una de las soluciones numeradas de 1 a 3, los \vec{v}_o y \vec{v}_x fueron:

$$\begin{aligned} 1 & : \vec{v}_{o,x} = [0, 0, 0], \\ 2 & : \vec{v}_{o,x} = \vec{v}_1 = \frac{1}{4}[210], \\ 3 & : \vec{v}_{o,x} = -\vec{v}_1. \end{aligned} \quad (7.17)$$

Tabla 7.1 Valores de $\vec{g} \cdot \vec{b}$ para las dislocaciones de F_o en el caso 1: $F_o = F_A^{(1)}$.

	$\vec{g} = \bar{3}20$	$\vec{g} = \bar{3}2\bar{1}8$
• 1 : $\vec{b} = \vec{\varepsilon}_o^A = [-0.04, -0.08, 0.014]$	-0.04	-0.29
• 2 : $\vec{b} = \vec{\varepsilon}_o^A = [0.46, 0.17, 0.014]$	-1.04	-1.29
• 3 : $\vec{b} = \vec{\varepsilon}_o^A = [-0.54, -0.33, 0.014]$	+0.96	+0.71
▲ 1 : $\vec{b} = \vec{\varepsilon}_o^A + \vec{b}_{1/3} = [0.24, -0.08, 0.014]$	-0.88	-1.13
▲ 2 : $\vec{b} = \vec{\varepsilon}_o^A + \vec{b}_{1/3} = [0.74, 0.17, 0.014]$	-1.88	-2.13
▲ 3 : $\vec{b} = \vec{\varepsilon}_o^A + \vec{b}_{1/3} = [-0.26, -0.33, 0.014]$	+0.12	-0.13

Tabla 7.2 Valores de $\vec{g} \cdot \vec{b}$ para las dislocaciones de F_o en el caso 2: $F_o = F_B$.

	$\vec{g} = \bar{3}20$	$\vec{g} = \bar{3}2\bar{1}8$
◦ 1 : $\vec{b} = \vec{\varepsilon}_o^B = [0.13, 0.04, 0.022]$	-0.31	-0.71
◦ 2 : $\vec{b} = \vec{\varepsilon}_o^B = [0.63, 0.29, 0.022]$	-1.31	-1.71
◦ 3 : $\vec{b} = \vec{\varepsilon}_o^B = [-0.37, -0.21, 0.022]$	+0.69	+0.29
△ 1 : $\vec{b} = \vec{\varepsilon}_o^B + \vec{b}_{1/3} = [0.41, 0.04, 0.022]$	-1.15	-1.55
△ 2 : $\vec{b} = \vec{\varepsilon}_o^B + \vec{b}_{1/3} = [0.91, 0.29, 0.022]$	-2.15	-2.55
△ 3 : $\vec{b} = \vec{\varepsilon}_o^B + \vec{b}_{1/3} = [-0.09, -0.21, 0.022]$	-0.15	-0.55

¹En las tablas 7.1, 7.2, 7.3 y 7.4 empleamos la notación $[a1, a2, a3] = a1[100] + a2[010] + a3[001]$.

Tabla 7.3 Valores de $\vec{g} \cdot \vec{b}$ para las dislocaciones de F_x en el caso 1: $F_x = F_B$.

	$\vec{g} = \bar{3} 2 0$	$\vec{g} = \bar{3} 2 \bar{1} 8$
■ 1 : $\vec{b} = \vec{\varepsilon}_x^B = [-0.01, -0.12, 0.022]$	-0.21	-0.61
■ 2 : $\vec{b} = \vec{\varepsilon}_x^B = [0.49, 0.13, 0.022]$	-1.21	-1.61
■ 3 : $\vec{b} = \vec{\varepsilon}_x^B = [-0.51, -0.37, 0.022]$	+0.79	+0.39
▼ 1 : $\vec{b} = \vec{\varepsilon}_x^B - \vec{b}_{1/3} = [-0.29, -0.12, 0.022]$	+0.63	+0.23
▼ 2 : $\vec{b} = \vec{\varepsilon}_x^B - \vec{b}_{1/3} = [0.21, 0.13, 0.022]$	-0.37	-0.77
▼ 3 : $\vec{b} = \vec{\varepsilon}_x^B - \vec{b}_{1/3} = [-0.79, -0.37, 0.022]$	+1.63	+1.23

Tabla 7.4 Valores de $\vec{g} \cdot \vec{b}$ para las dislocaciones de F_x en el caso 2: $F_x = F_A$.

	$\vec{g} = \bar{3} 2 0$	$\vec{g} = \bar{3} 2 \bar{1} 8$
□ 1 : $\vec{b} = \vec{\varepsilon}_x^A = [-0.18, -0.24, 0.014]$	+0.06	-0.19
□ 2 : $\vec{b} = \vec{\varepsilon}_x^A = [0.32, 0.01, 0.014]$	-0.94	-1.19
□ 3 : $\vec{b} = \vec{\varepsilon}_x^A = [-0.68, -0.49, 0.014]$	+1.06	+0.81
▽ 1 : $\vec{b} = \vec{\varepsilon}_x^A - \vec{b}_{1/3} = [-0.46, -0.24, 0.014]$	+0.90	+0.65
▽ 2 : $\vec{b} = \vec{\varepsilon}_x^A - \vec{b}_{1/3} = [0.04, 0.01, 0.014]$	-0.10	-0.35
▽ 3 : $\vec{b} = \vec{\varepsilon}_x^A - \vec{b}_{1/3} = [-0.96, -0.49, 0.014]$	+1.90	+1.65

En las figuras 7.3 y 7.4 se grafican los valores de las dislocaciones de F_A y F_B , respectivamente, proyectados sobre el plano $\vec{a} \vec{b}$. En el eje de las abscisas se indica la componente en $[100]$ de las dislocaciones (llamada b_a) y en el eje de las ordenadas la componente en $[010]$ (llamada b_b). Los valores corresponden a los de las tablas anteriores y se indican por los símbolos en la primera columna. Los círculos (cuadrados) representan dislocaciones de las fallas F_o (F_x) producidas por fallas basales simples. Las dislocaciones producidas por fallas basales dobles se indican por triángulos. Los símbolos llenos corresponden al caso 1 y los huecos al caso 2. En las partes (a) de las figuras 7.3 y 7.4 se ubican las líneas correspondientes a $\vec{g} \cdot \vec{b}$ entero para $\vec{g} = \bar{3} 2 0$ y en las partes (b), las correspondientes para $\vec{g} = \bar{3} 2 \bar{1} 8$ para el valor de la componente $[001]$, x_3 , de las dislocaciones. Hemos agrupado a las dislocaciones según correspondan a las soluciones 1, 2 ó 3 de las tablas. Se observa que todas las posibilidades están distribuidas en un amplio rango de $\vec{g} \cdot \vec{b}$ para los dos vectores de difracción considerados.

Podemos notar que $(\bar{3}20) \cdot \vec{b}$ no es entero como para las fallas F_A . Esto se debe al término en 7.12 producido por la distorsión tetragonal que corre las soluciones en dirección $[100]$ un pequeño valor $\frac{2}{3}\rho[100] \sim 0.017[100]$ positivo para F_o y negativo para F_x .

En la figura 7.5 se muestran las simulaciones de las fallas con las dislocaciones en el extremo para cada valor de $(\bar{3}20) \cdot \vec{b}$. Las simulaciones de la izquierda corresponden a F_B y las de la derecha a F_A . Como ya vimos, para este \vec{g} las fallas F_A son invisibles y las F_B poseen bordes oscuros. Las mismas dislocaciones y fallas pero observadas con $\vec{g} = \bar{3}2\bar{1}8$ se muestran en la figura 7.6, indicándose para cada simulación el valor de $\vec{g} \cdot \vec{b}$ y obteniéndose también para este caso el contraste adecuado de las fallas (bordes oscuros para F_A y claros para F_B). En ambas figuras hemos simulado, para cada $\vec{g} \cdot \vec{b}$, la imagen de una dislocación representativa de todas aquellas que poseen un valor parecido de $\vec{g} \cdot \vec{b}$ ⁽²⁾. Por ejemplo: entre $\blacktriangle 3$, $\square 1$, $\bullet 1$ y $\nabla 2$ de la figura 7.3 seleccionamos $\bullet 1$. En las simulaciones no se tuvo en cuenta la distorsión tetragonal y por ello los valores indicados no concuerdan exactamente con los de las tablas anteriores; sin embargo, esta diferencia afecta imperceptiblemente a la imagen.

Del análisis de estas simulaciones se puede deducir un comportamiento general del contraste de las dislocaciones:

- si $|\vec{g} \cdot \vec{b}| < 0.5$ la falla termina sin ningún contraste especial, más bien se “esfuma”. Ej:

para $\vec{g} = \bar{3}20 : \bullet 1$ y $\circ 1$
 para $\vec{g} = \bar{3}2\bar{1}8 : \bullet 1$ y $\circ 3$

- si $0.5 < |\vec{g} \cdot \vec{b}| < 1$ todas las franjas oscuras de las fallas se abren en los extremos. Ej:

para $\vec{g} = \bar{3}20 : \circ 3$
 para $\vec{g} = \bar{3}2\bar{1}8 : \bullet 3$ y $\circ 1$

Tanto para $\vec{g} = \bar{3}20$ como para $\vec{g} = \bar{3}2\bar{1}8$ vemos que en ambas fallas los lóbulos extremos de las dislocaciones (fig. 7.5), del lado opuesto al de la falla son: claros para $\alpha > 0$ y oscuros para $\alpha < 0$.

²Esta aproximación vale debido a que sus vectores de Burgers son relativamente parecidos.

Figura 7.3: Proyección en el plano basal del vector de Burgers de las fallas F_A (la componente en $[001]_{18R}$ es $x_3 = 0.013$). Las líneas llenas indican $\vec{g} \cdot \vec{b}$ entero. a) $\vec{g} = \bar{3}20$. b) $\vec{g} = \bar{3}2\bar{1}8$.

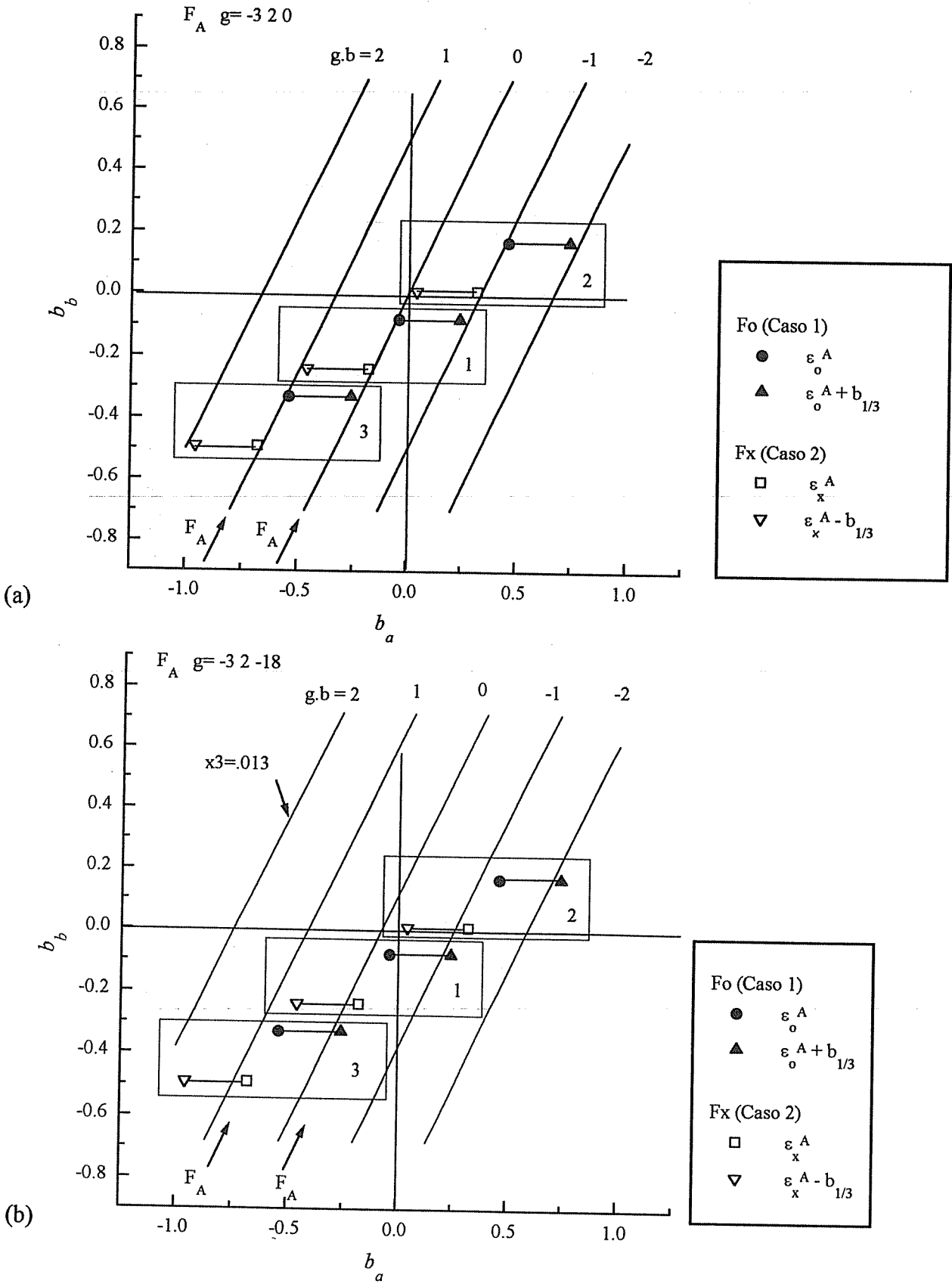
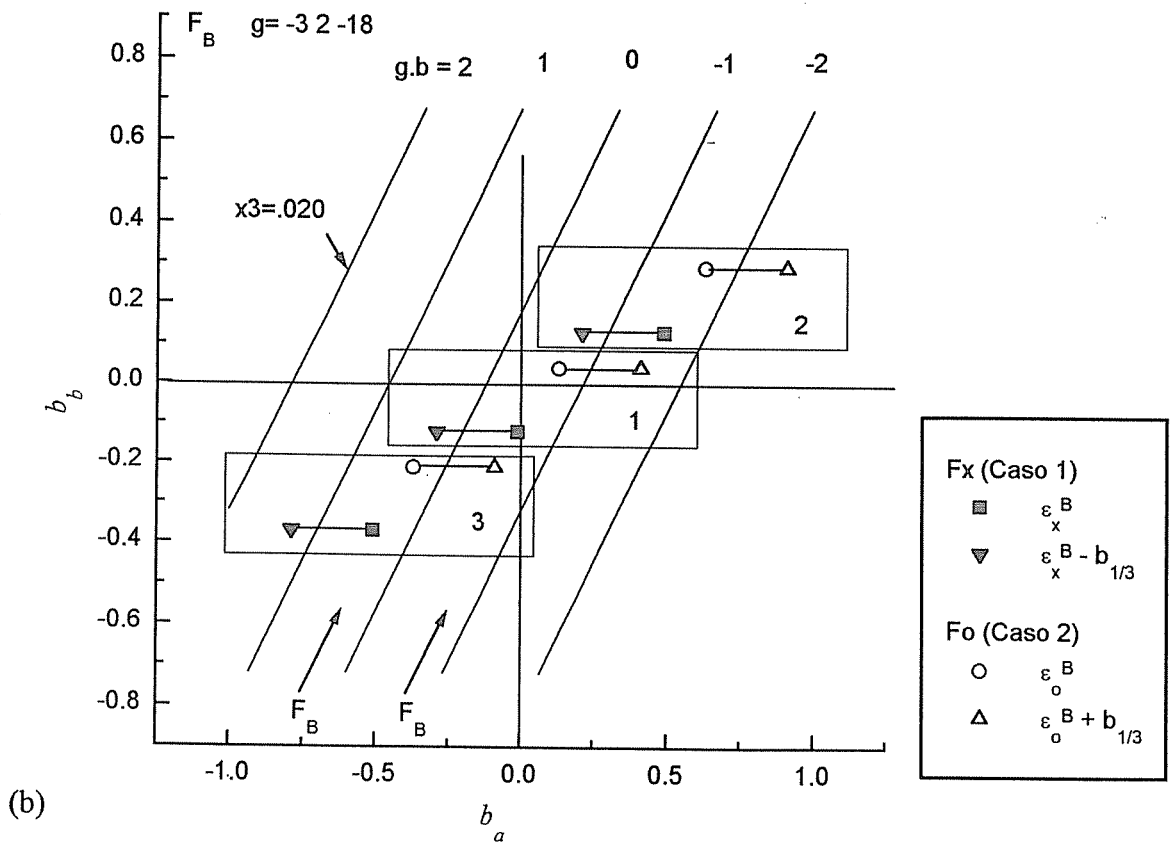
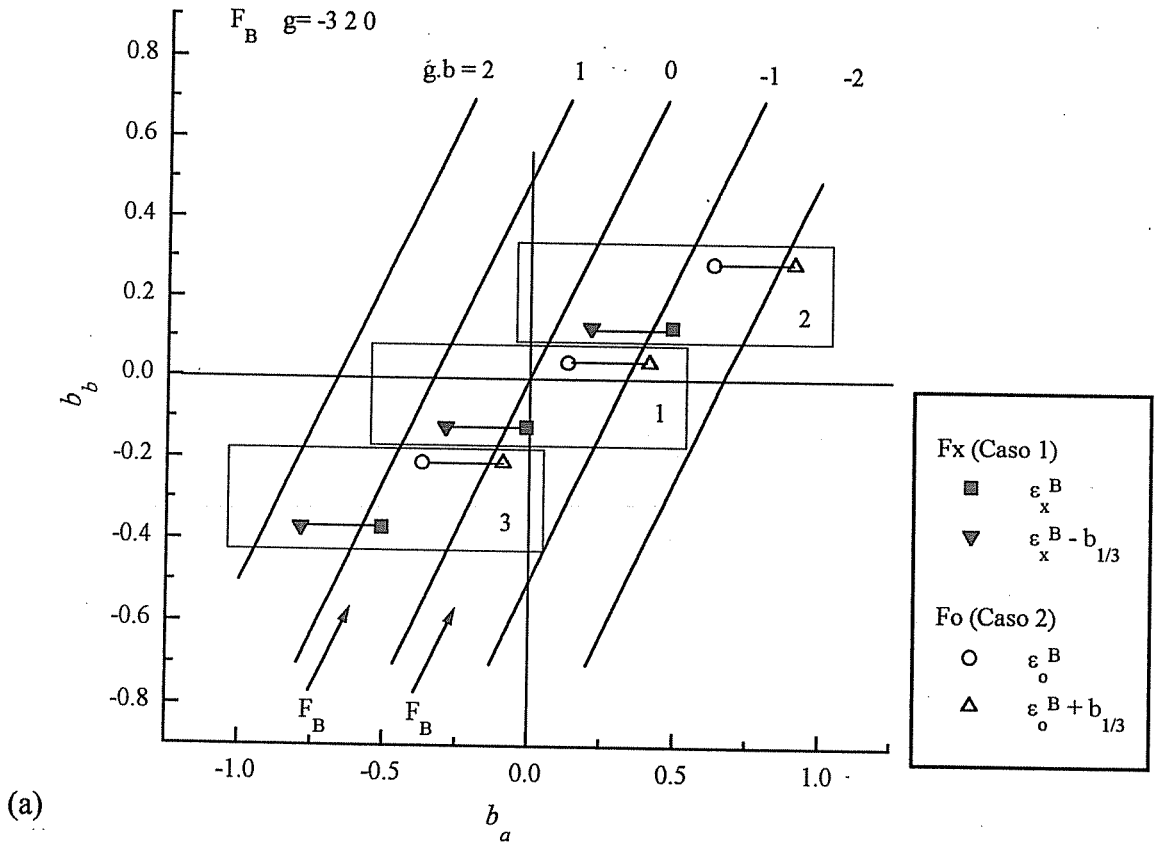


Figura 7.4: Idem figura 7.3 para las fallas F_B (la componente en $[001]_{18R}$ es $x_3=0.020$). Las líneas llenas indican $\vec{g} \cdot \vec{b}$ entero. a) $\vec{g} = \bar{3}20$. b) $\vec{g} = \bar{3}2\bar{1}8$.



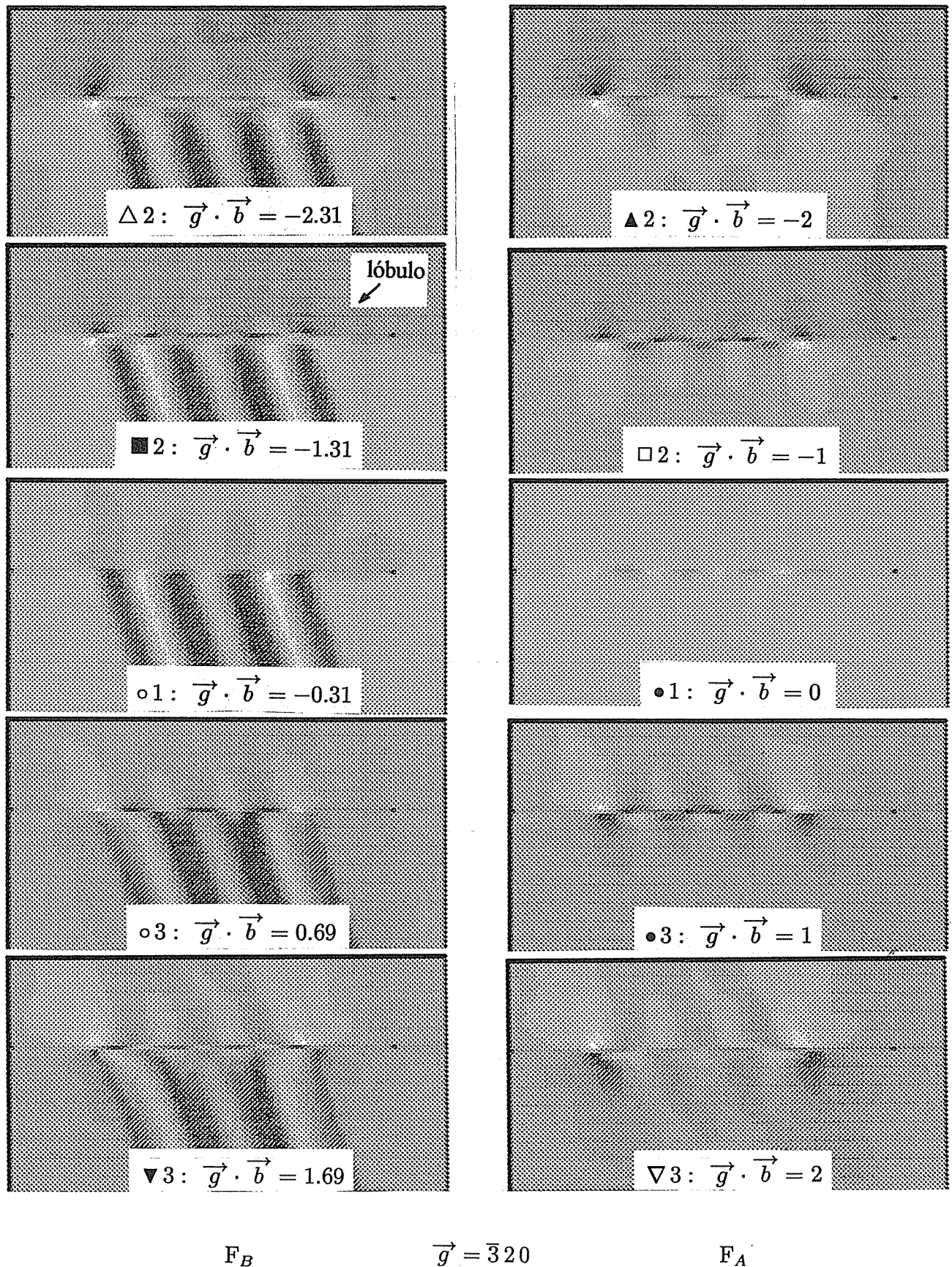


Figura 7.5: Simulaciones de las dislocaciones parciales para F_A y F_B con $\vec{g} = \bar{3}20$. El símbolo en cada figura indica la dislocación simulada (ver figs. 7.3(a) y 7.4(a)). En las F_A la falla está en la parte inferior.

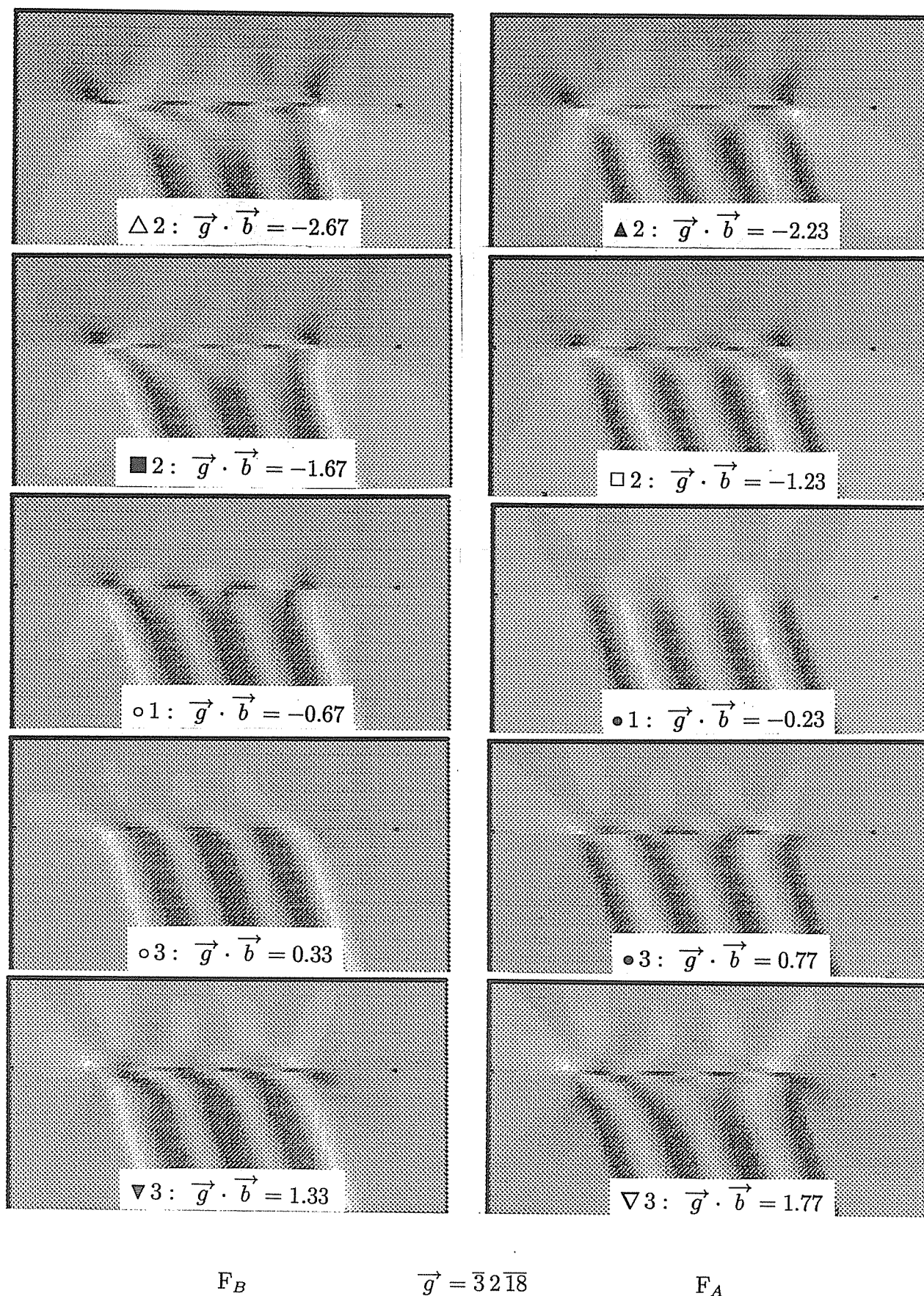


Figura 7.6: Simulaciones de las dislocaciones parciales para F_A y F_B con $\vec{g} = \bar{3}2\bar{1}8$. El símbolo en cada figura indica la dislocación simulada (ver figs. 7.3(b) y 7.4(b)).

7.3 Análisis de las dislocaciones a lo largo de las fallas NB

Una falla NB puede transformarse si es interceptada por una falla basal, como vimos en los ejemplos de las figuras 6.1(d) y (f). Estas configuraciones, vistas desde $[230]$, se grafican en las figuras 7.7(a) y (b). Estos casos se obtienen como los de la figura 7.2. Si bien en esos ejemplos la que intercepta es una falla basal simple, podría darse el caso de que fuera una doble. En las figuras 7.7(c) y (d) se grafican estas posibilidades. Para calcular el vector de Burgers de estas dislocaciones las desdoblamos como si cada parte fuera producida por una falla basal simple y luego sumamos cada aporte.

7.4 Observaciones del contraste producido por las dislocaciones asociadas a las fallas NB

La figura 7.8 presenta un sistema de fallas NB observadas desde $[230]$ con el vector $\vec{g} = 0018$. A este conjunto de fallas nos referiremos como sistema I (18R). Cuando observamos este sistema con $\vec{g} = 3\bar{2}0$ (fig. 7.9(a)) apreciamos una característica importante: *algunas fallas presentan contrastes diferentes en sus extremos*. Más allá del contraste en particular, esta observación afirma que una misma falla puede tener distintos orígenes como asume el modelo cristalográfico (Sección 6.1).

Analizaremos el contraste en los extremos de la falla 1 en la figura 7.8. Las fallas en este sistema son visibles con $\pm\vec{g} = 3\bar{2}0$ por lo cual se trata de fallas F_B . Las dislocaciones posibles son entonces las que se grafican en la figura 7.4.

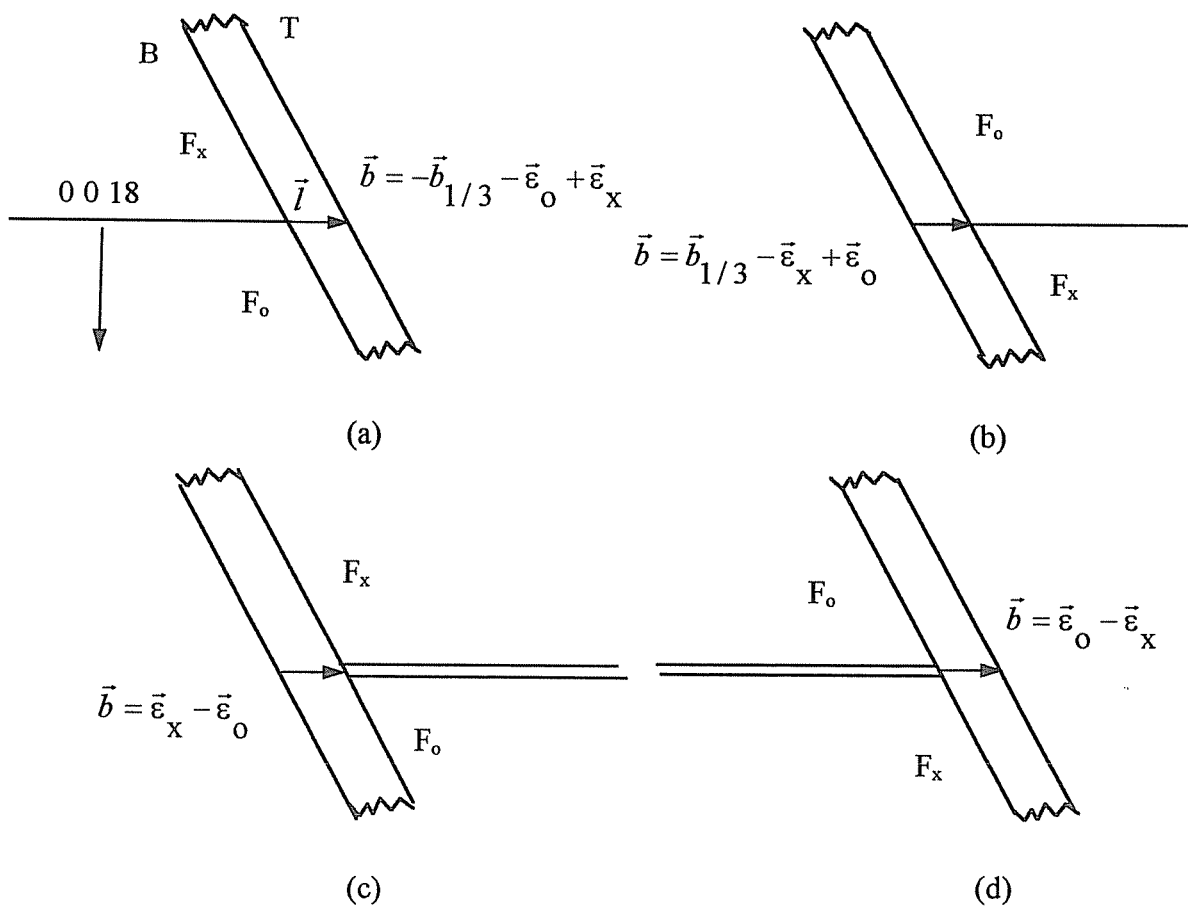
Las dislocaciones \vec{d}_1 y \vec{d}_2 en los extremos de la falla 1 (ver esquema en la fig. 7.8) fueron analizadas para $\pm\vec{g} = 3\bar{2}0$ (figs. 7.9(a) y (b)) y $\pm\vec{g} = 3\bar{2}18$ (figs. 7.9(c) y (d)). Las características de los contrastes son:

Para \vec{d}_1 :

- Con $\pm\vec{g} = 3\bar{2}0$: $0.5 < |\vec{g} \cdot \vec{d}_1| < 1$, las franjas negras internas se abren en el extremo como en el caso o3 en la figura 7.5.
- Con $\pm\vec{g} = 3\bar{2}18$: $0 < |\vec{g} \cdot \vec{d}_1| < 0.5$, no hay contraste especial como en el caso o3 en la figura 7.6.

Figura 7.7: Dislocaciones intermedias en las fallas NB producidas por fallas basales. Vista desde el eje de zona [230].

$$\vec{b}_{1/3} = \left(\frac{1}{3} - 2\delta\right)[100] \quad .$$



Para \vec{d}_2 :

- Con $\pm \vec{g} = 3\bar{2}0$: $0 < |\vec{g} \cdot \vec{d}_2| < 0.5$, no hay contraste especial como en el caso $\circ 1$ en la figura 7.5.
- Con $\pm \vec{g} = 3\bar{2}18$: $0.5 < |\vec{g} \cdot \vec{d}_2| < 1$, las franjas negras internas se abren en el extremo como en el caso $\circ 1$ en la figura 7.6.

De estas observaciones concluimos que las posibles soluciones son las indicadas en la figura 7.4 como F_B :

$$\begin{aligned} \text{para } \vec{d}_1 & : \blacksquare 3, \circ 3 \text{ y } \blacktriangledown 1, \\ \text{para } \vec{d}_2 & : \triangle 3, \blacksquare 1, \circ 1 \text{ y } \blacktriangledown 2. \end{aligned} \quad (7.18)$$

Entre estas soluciones, las únicas que están asociadas por $\pm \vec{b}_{1/3}$ son $\circ 3$ con $\triangle 3$, y $\blacktriangledown 1$ con $\blacksquare 1$. Por lo tanto, las posibles dislocaciones para F_B son:

$$\begin{aligned} F_B & : \circ 3 \text{ y } \triangle 3, \\ & \blacksquare 1 \text{ y } \blacktriangledown 1. \end{aligned} \quad (7.19)$$

A partir de estas dislocaciones hicimos las simulaciones de la falla 1 que incluimos en cada una de las imágenes del sistema I (18R). Hemos considerado los dos casos : $\vec{d}_1 = \circ 3$, $\vec{d}_2 = \triangle 3$; y $\vec{d}_1 = \blacktriangledown 1$, $\vec{d}_2 = \blacksquare 1$, pero resultaron indistinguibles.

Si bien analizar sólo el $\pm \vec{g} = 3\bar{2}18$ ó el $\pm \vec{g} = 3\bar{2}0$ hubiera sido suficiente, el hecho de que ambos casos concuerden indica que el resultado es consistente.

Analizaremos a continuación el sistema de fallas de las figuras 7.10-7.14 al que llamaremos sistema II (18R). Comparando la foto de la figura 7.10 con las correspondientes a $\pm \vec{g} = 3\bar{2}18$ (figs. 7.13 y 7.14) se observa que la falla 1 *presenta dos partes con diferentes contrastes*, la parte superior es F_A y la inferior es F_B . Esta observación demuestra que el efecto de las fallas basales que finalizan en la NB es transformarla, confirmando de ese modo, que una F_{oo} relaja como una F_x y que una F_{xx} relaja como una F_o según asumía el modelo cristalográfico.

Llamaremos \vec{d}_3 , \vec{d}_4 y \vec{d}_5 a las dislocaciones en las fallas como indicamos en las figuras 7.10-7.14. Si bien la falla 2 corresponde a F_B y ya hemos analizado ese caso, lo consideraremos por completitud. Las figuras 7.11 y 7.12 muestran el contraste producido por $\pm \vec{g} = 3\bar{2}0$. Las características del contraste son:

Figura 7.8: Fallas NB en 18R (Sistema I). La simulación corresponde a la falla 1 para las condiciones de difracción indicadas. El esquema muestra la inclinación de la falla 1 (T: arriba, B: abajo) y la ubicación de las dislocaciones.

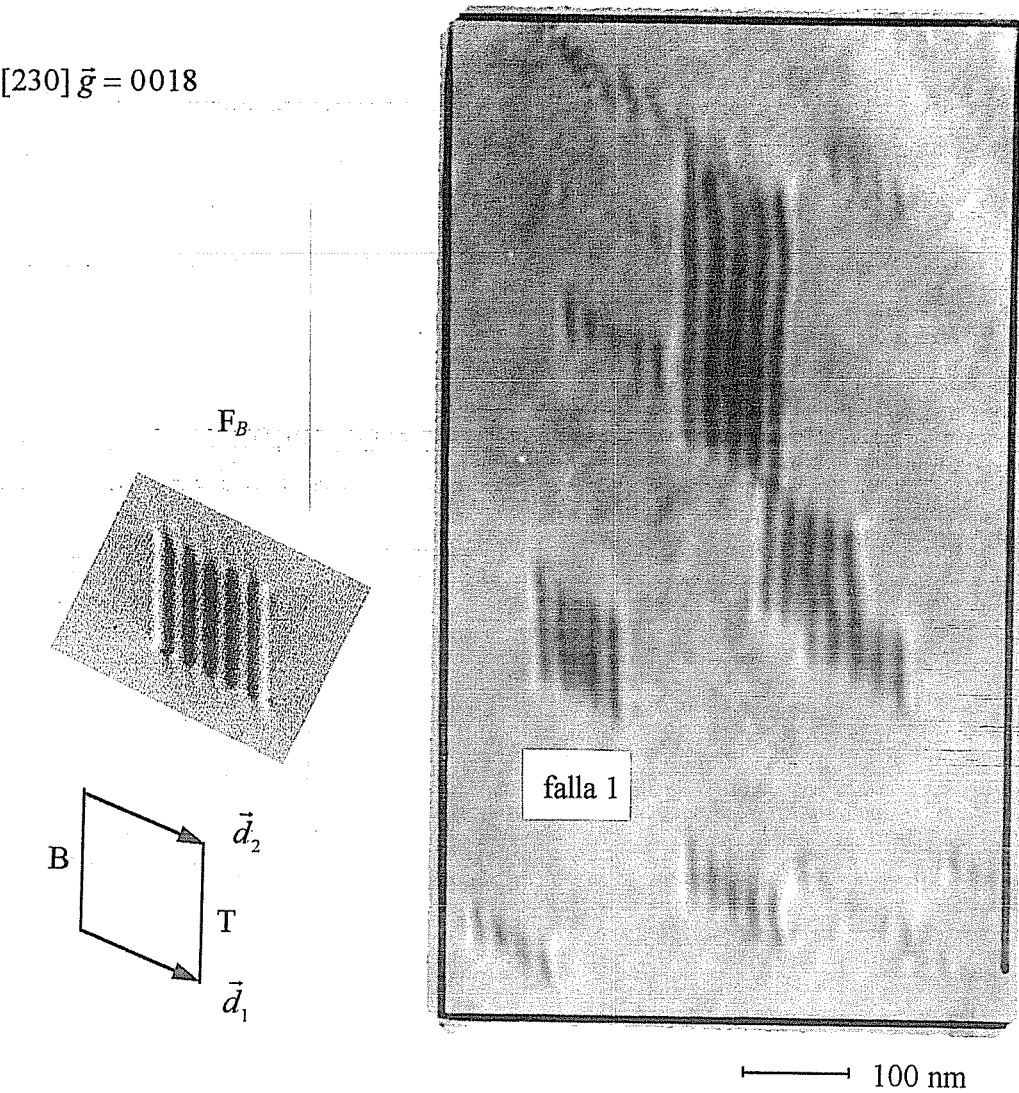
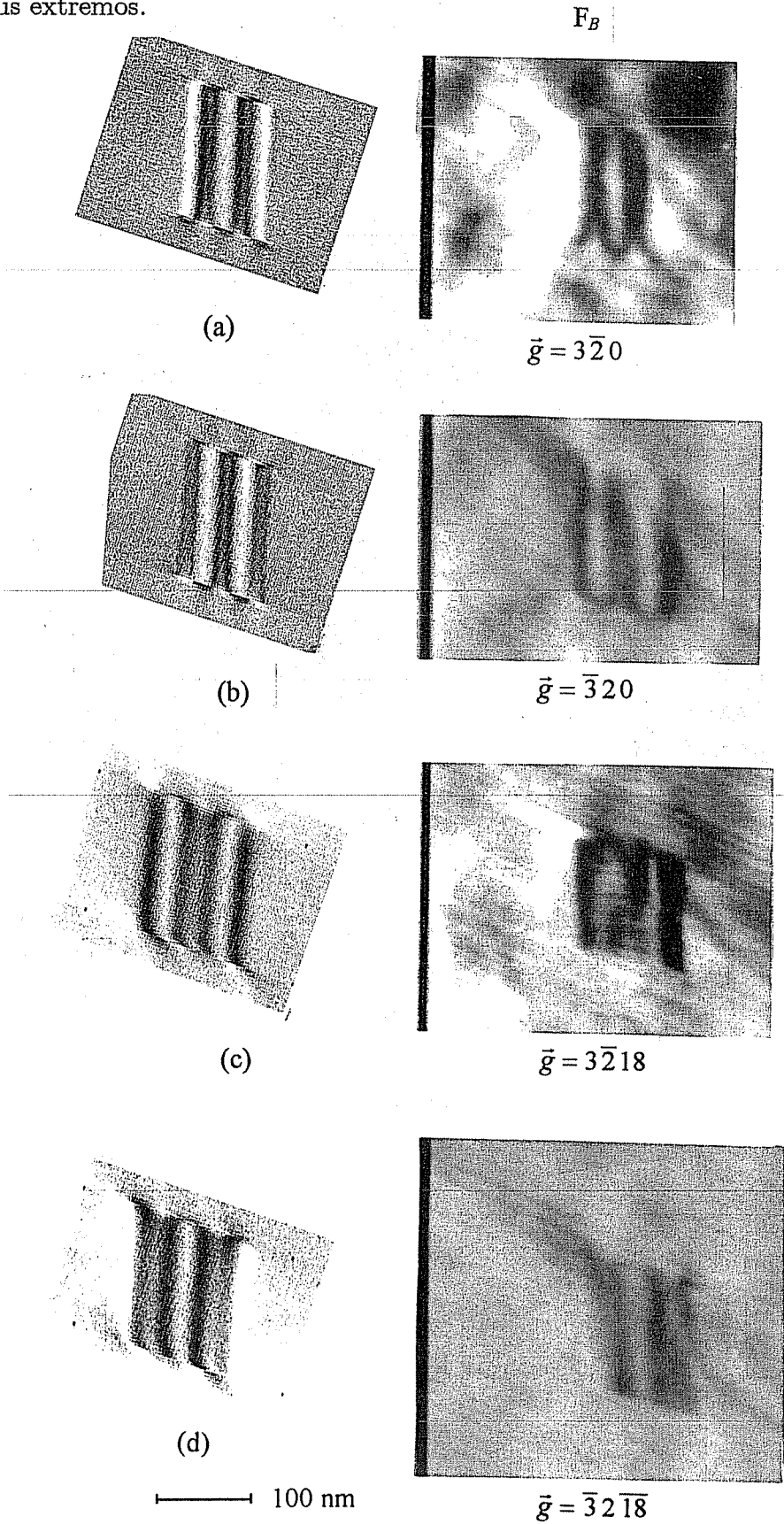


Figura 7.9: Imágenes experimentales y correspondientes simulaciones de la falla 1 del Sistema I (18R) que corresponden a una falla F_B con diferentes dislocaciones en sus extremos.



para \vec{d}_3 :

- Con $\pm \vec{g} = 3\bar{2}0$: $0.5 < |\vec{g} \cdot \vec{d}_3| < 1$, las franjas negras internas se abren en el extremo como el caso $\circ 3$ en la figura 7.5.
- Con $\pm \vec{g} = 3\bar{2}18$: $0 < |\vec{g} \cdot \vec{d}_3| < 0.5$, no hay contraste especial como el caso $\circ 3$ en la figura 7.6.

para \vec{d}_4 :

- Con $\pm \vec{g} = 3\bar{2}0$: $|\vec{g} \cdot \vec{d}_4| \sim 0$, el contraste es débil como el caso $\bullet 1$ en la figura 7.5.
- Con $\pm \vec{g} = 3\bar{2}18$: $0 < |\vec{g} \cdot \vec{d}_4| < 0.5$, no hay contraste especial como el caso $\bullet 1$ en la figura 7.6.

Observamos que la dislocación \vec{d}_3 de la falla 2 se comporta como \vec{d}_1 en el sistema I (18R). A partir de la figura 7.3 encontramos que para F_A el grupo de dislocaciones que proporcionan el contraste adecuado son:

$$\text{para } \vec{d}_4 : \blacktriangle 3, \square 1, \bullet 1 \text{ y } \nabla 2. \quad (7.20)$$

Las simulaciones que presentamos corresponden a $\vec{d}_3 = \circ 3$ y $\vec{d}_4 = \square 1$. Volveremos más adelante a este sistema de fallas para analizar la dislocación intermedia \vec{d}_5 .

Para determinar la segunda dislocación correspondiente a F_A pasamos al conjunto de fallas de la figura 7.15, al que hemos denominado sistema III (18R). Como en el caso anterior, la parte inferior de la falla 1 es F_B y la superior es F_A . Sin embargo, si bien las fallas son del mismo tipo, vemos que en este nuevo sistema, para $\pm \vec{g} = 3\bar{2}0$ (figs. 7.16 y 7.17) puede distinguirse apreciablemente una dislocación en el extremo superior (\vec{d}_6). Las figuras 7.18 y 7.19 corresponden a las mismas fallas observadas con $\pm \vec{g} = 3\bar{2}18$.

El contraste para \vec{d}_6 es:

- Con $\vec{g} = 3\bar{2}0$: $\vec{g} \cdot \vec{d}_6 \sim +1$, posee lóbulos extremos oscuros hacia adentro de la falla como el caso $\bullet 3$ en la figura 7.5.
- Con $\pm \vec{g} = 3\bar{2}18$: $0.5 < |\vec{g} \cdot \vec{d}_6| < 1$, las franjas negras internas se abren en el extremo como el caso $\bullet 3$ en la figura 7.6.

Figura 7.10: Fallas NB en 18R (Sistema II) y simulaciones. Características generales con $\vec{g} = 00\bar{1}8$.

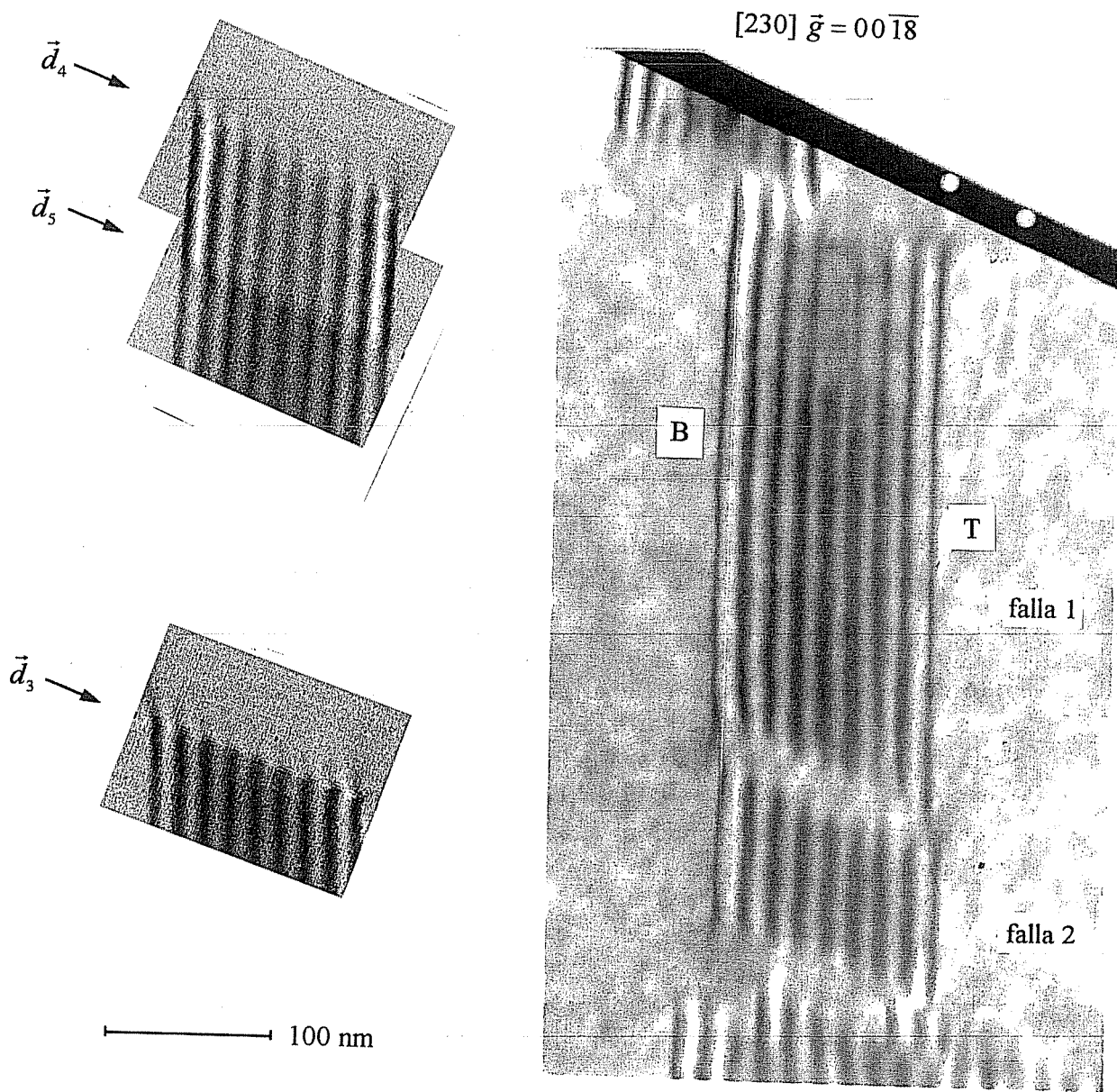


Figura 7.11: Sistema II (18R). La falla NB superior está compuesta de dos partes. La parte superior corresponde a F_A y la inferior a F_B . Las dislocaciones \vec{d}_4 y \vec{d}_5 prácticamente invisibles, en cambio, \vec{d}_3 visible.

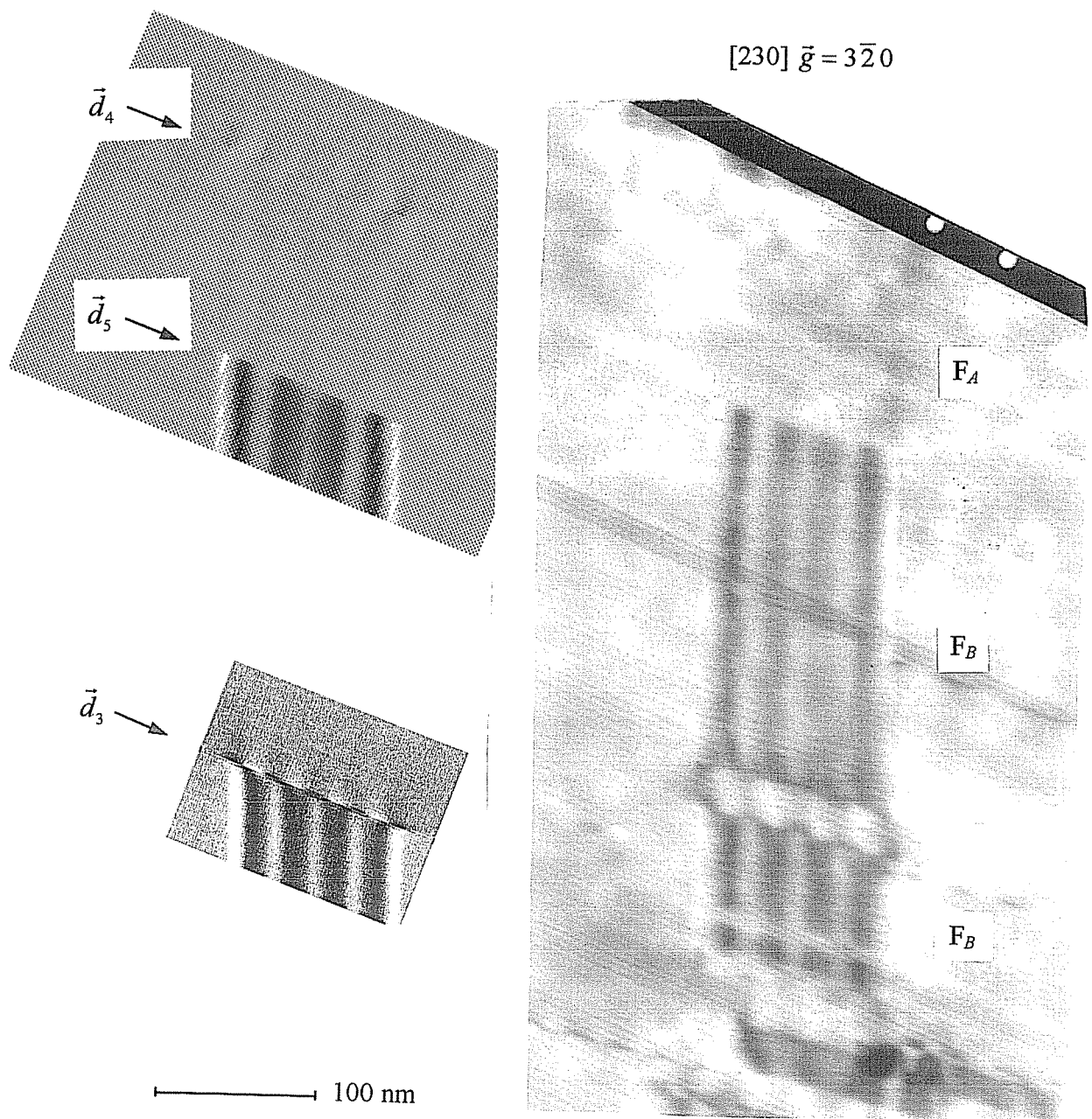


Figura 7.12: Sistema II (18R). Idem a la figura anterior pero con el vector de difracción opuesto.

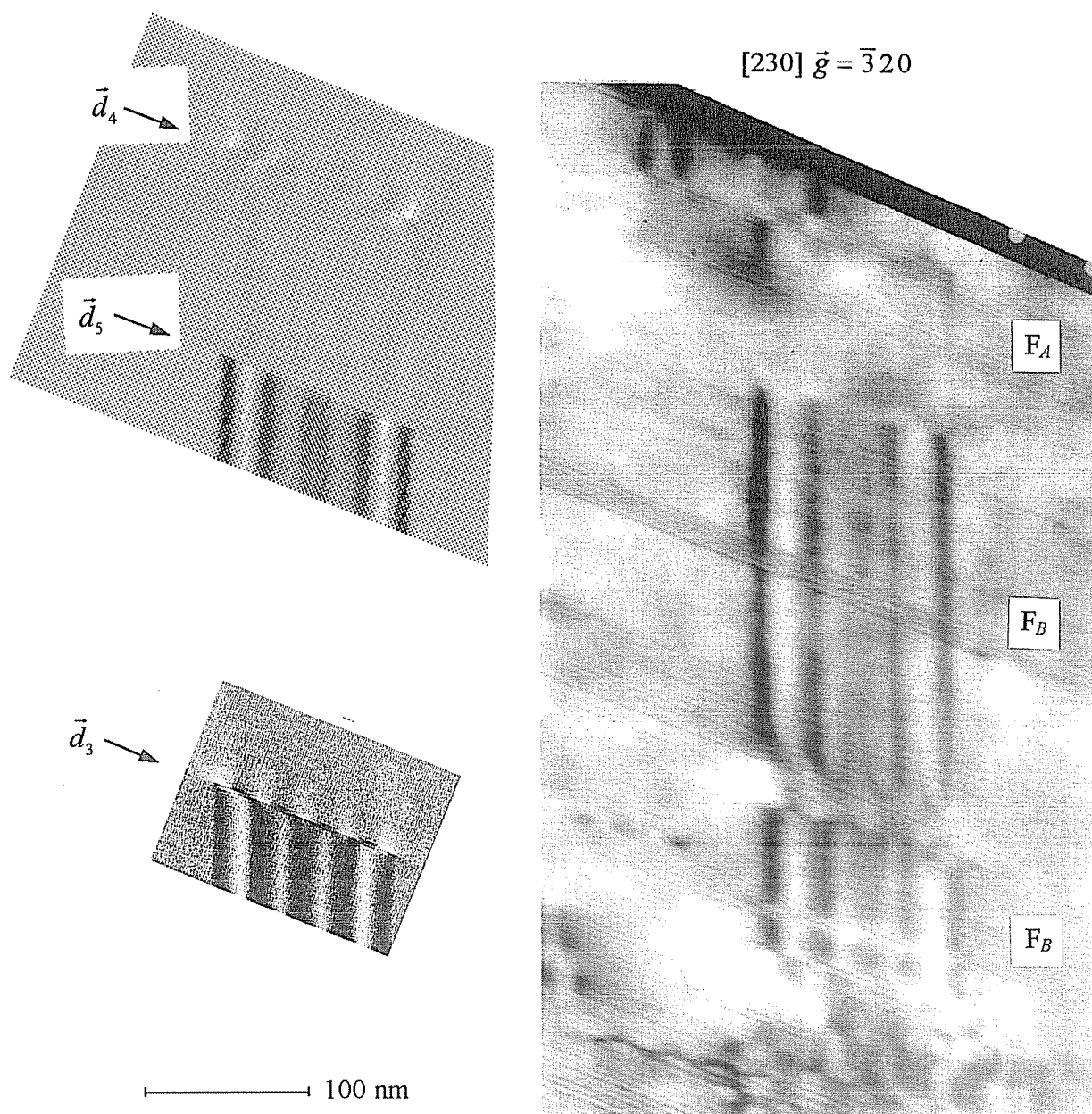


Figura 7.13: Sistema II (18R). Tanto los tramos F_A como F_B son visibles pero presentan contrastes opuestos.

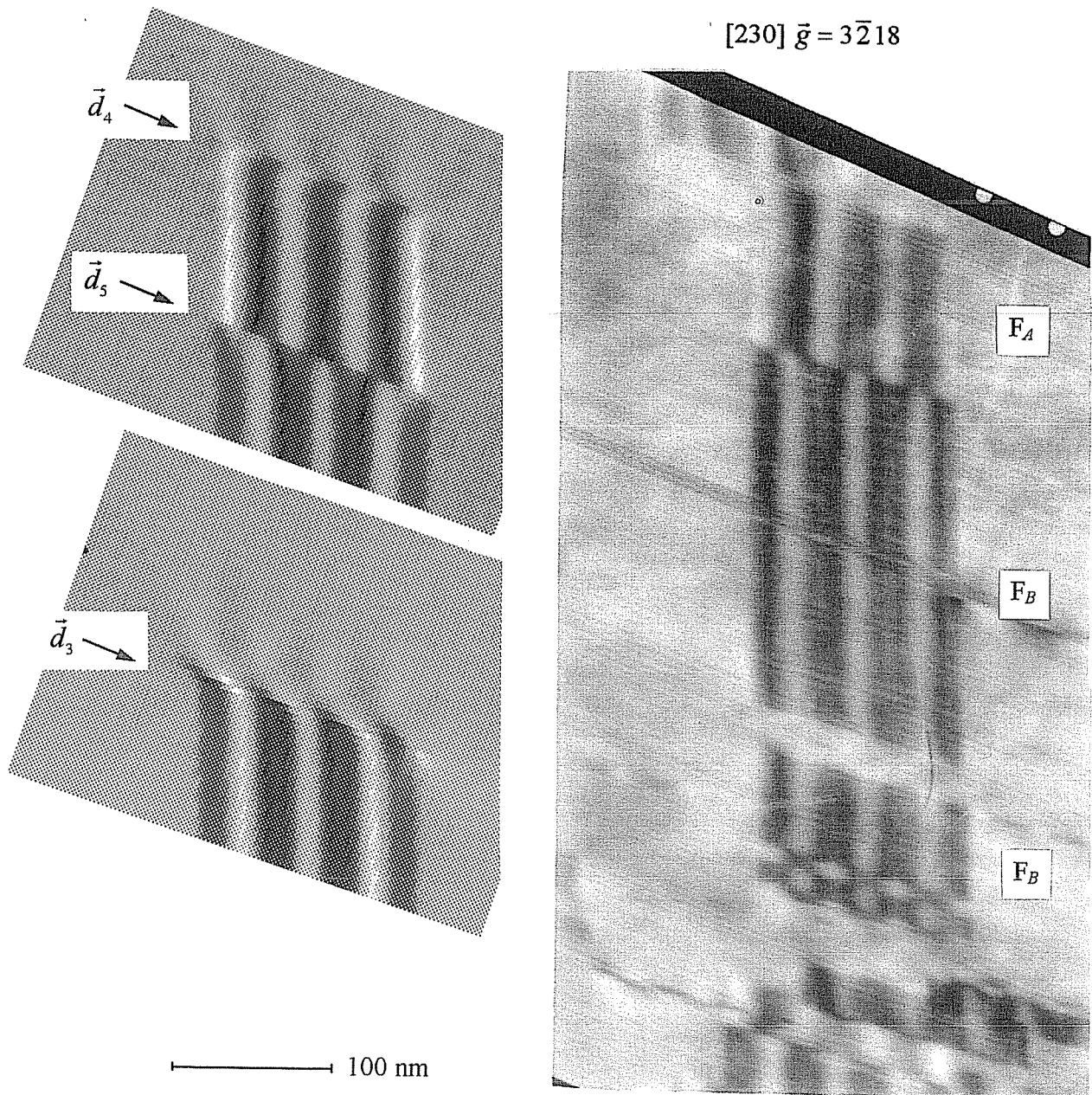
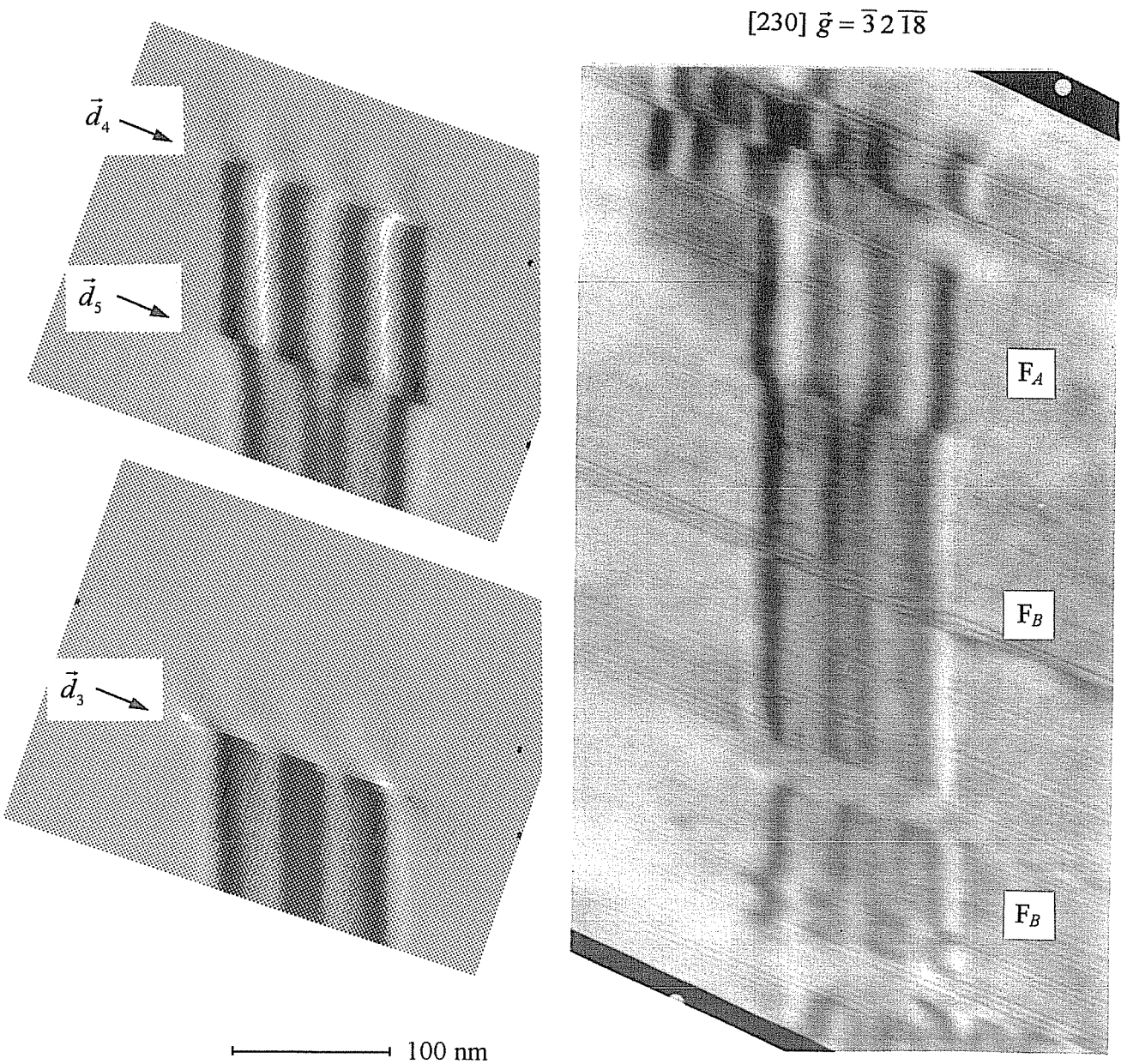


Figura 7.14: Sistema II (18R). Idem a la figura anterior pero con el vector de difracción opuesto.



Las soluciones para F_A en este caso son (ver fig. 7.3):

$$\text{para } \vec{d}_6 : \square 3, \bullet 3 \text{ y } \nabla 1. \quad (7.21)$$

Las simulaciones para \vec{d}_6 fueron hechas con $\nabla 1$.

Los valores de \vec{d}_4 y \vec{d}_6 se indican en la figura 7.3 por flechas con la indicación F_A . Como para el caso de F_B , analizamos las soluciones relacionadas por $\pm \vec{b}_{1/3}$: $\bullet 3$ con $\blacktriangle 3$, y $\square 1$ con $\nabla 1$, las posibles soluciones para F_A son:

$$F_A : \bullet 3 \text{ y } \blacktriangle 3, \quad (7.22) \\ \square 1 \text{ y } \nabla 1.$$

La figura 7.20(a) muestra un detalle de la 7.16, donde se observa la dislocación \vec{d}_6 del sistema III (18R) con $\vec{g} = 3\bar{2}0$. Esta imagen es interesante porque puede detectarse la configuración de las fallas: la falla basal que da origen a la dislocación \vec{d}_6 , a partir de la cual nace la falla NB, proviene de la parte derecha (indicada por cuatro flechas). Observando con detenimiento, notamos que la falla basal posee bordes claros y finaliza en la falla NB. Como en esta imagen tanto la falla NB como las basales están vistas “desde arriba”, de acuerdo a la tabla 6.1 la falla basal en cuestión corresponde a una falla tipo hexagonal. Por el número de franjas de la falla NB sabemos que el espesor es aproximadamente $3.5\xi_g$. Esto indica que la falla basal debe poseer siete franjas, las de los extremos laterales claras y tres intermedias oscuras. Observando en detalle la falla basal, vemos que posee cuatro franjas interiores oscuras indicadas por flechas. Esto significa que en realidad son dos fallas hexagonales cercanas.

Vimos que las posibles soluciones para \vec{d}_6 correspondían a las dislocaciones de F_A con $\vec{b} \cdot (\bar{3}20) = 1$ (ec. 7.21), es decir, a las indicadas por los símbolos $\bullet 3$ y $\nabla 1$ en la figura 7.3(a). En las partes (b) y (c) de la figura 7.20 se presenta el esquema de las configuraciones de fallas que dan origen a \vec{d}_6 para los casos 1 y 2, respectivamente. Sabemos que la falla NB es F_A . Para que F_A sea F_o (caso 1), la falla NB debe ser producida por una falla basal hexagonal simple proveniente de la derecha. En el caso 2 puede ser originada por una hexagonal doble o dos basales hexagonales simples provenientes de la derecha. Como hemos determinado que en \vec{d}_6 terminan dos fallas basales, entonces la solución corresponde al caso 2.

La simulación de la dislocación \vec{d}_6 en la figura 7.16(d) corresponde a cualquiera de los dos casos. Si suponemos que es el caso 1, la dislocación es producida por una falla hexagonal simple, aunque vimos que esta configuración no es válida. Si suponemos el caso 2, la dislocación es producida por una falla basal doble-hexagonal. No habría diferencia entre suponer una falla doble-hexagonal o dos hexagonales simples adyacentes. Si en cambio las dos fallas basales se encuentran

Figura 7.15: Fallas NB en 18R (Sistema III) y simulaciones. Características generales con $\vec{g} = 00\bar{1}8$.

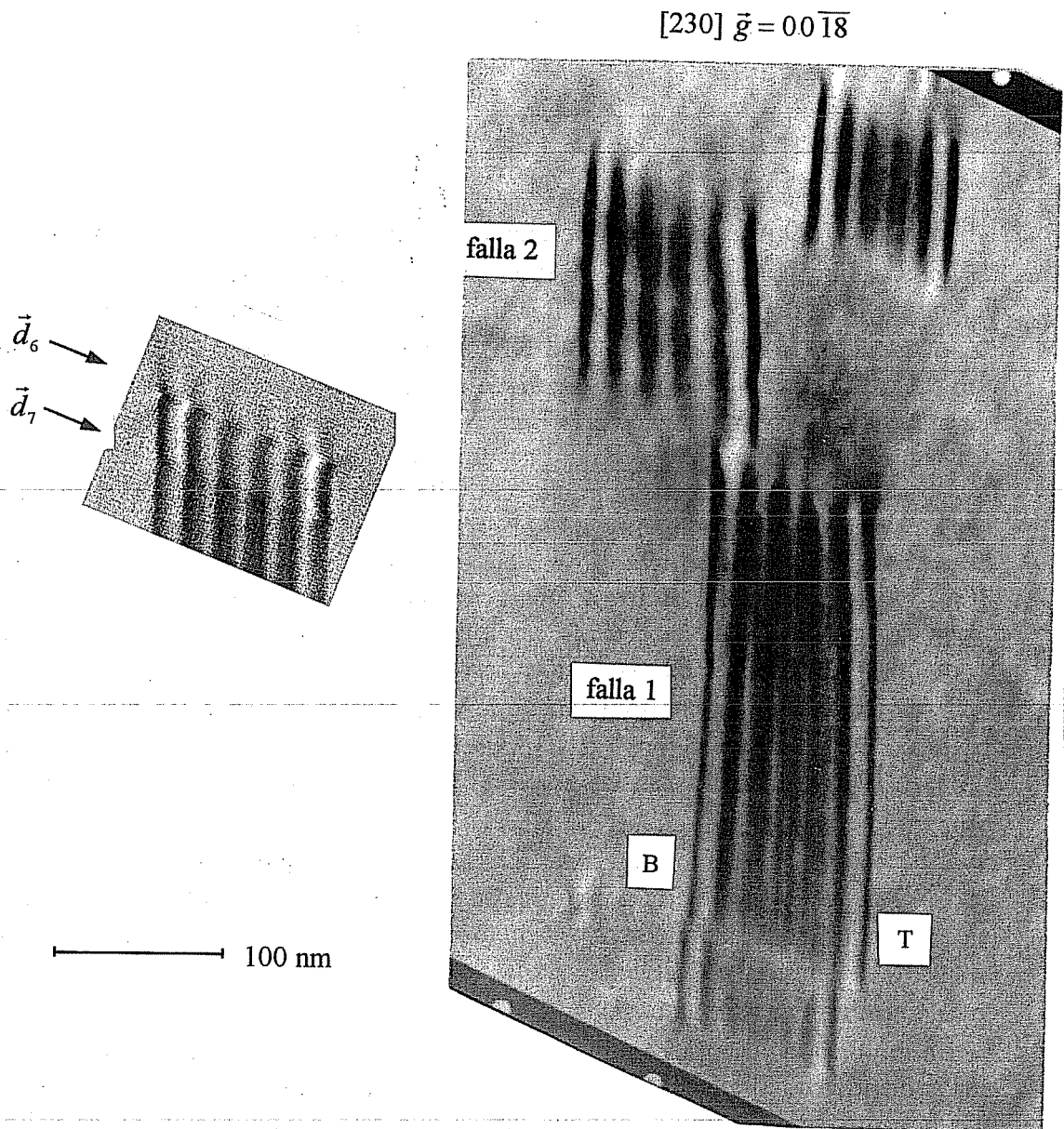


Figura 7.16: Sistema III (18R). La falla 1 (ver figura anterior) está compuesta de dos partes: F_A y F_B . El contraste de \vec{d}_6 es mucho más intenso que el que produce \vec{d}_4 en la figura 7.11.

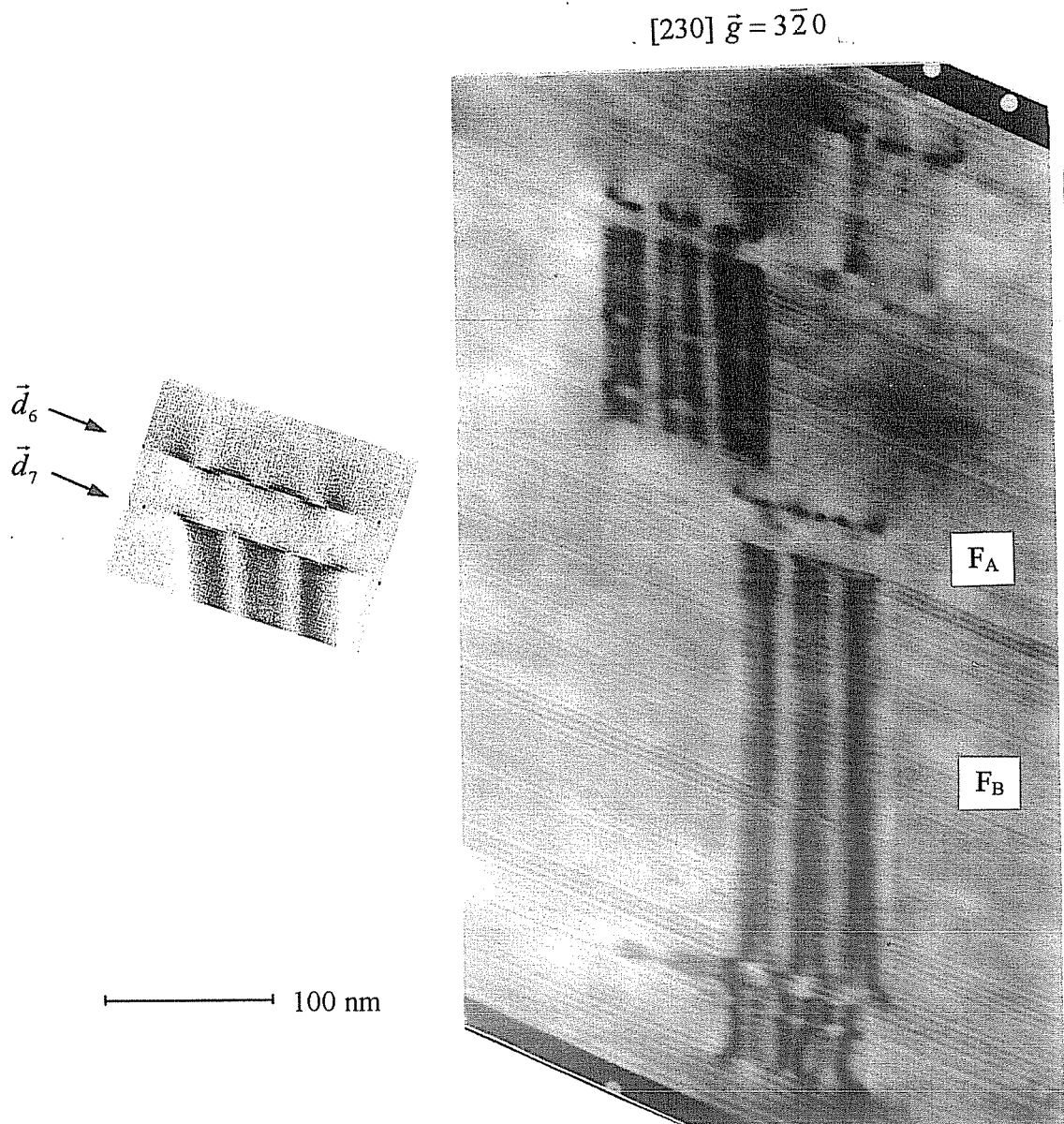


Figura 7.17: Sistema III (18R). Idem a la anterior pero con el vector de difracción opuesto. Comparar con la figura 7.12.

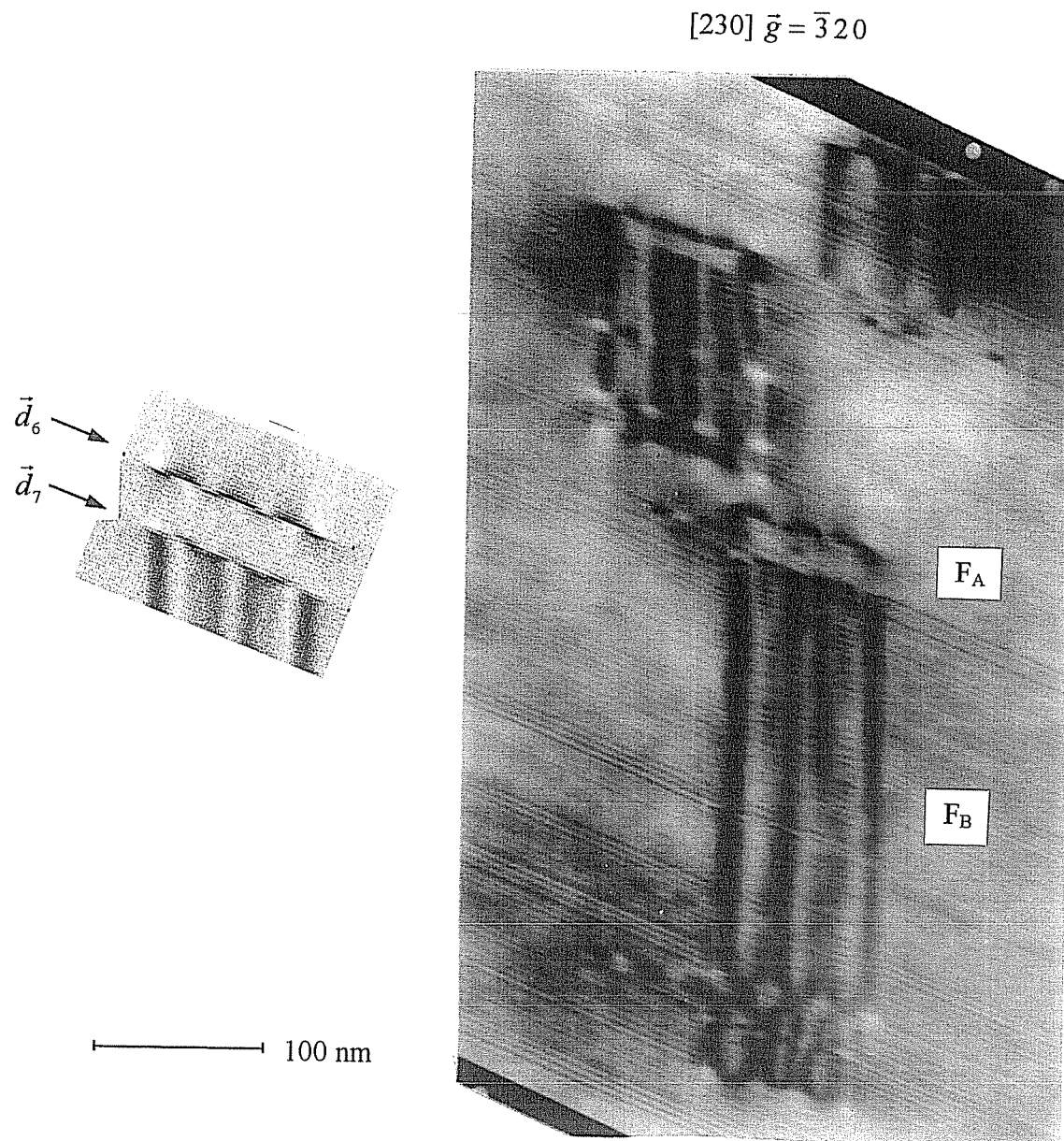


Figura 7.18: Sistema III (18R). El tramo de F_A presenta contraste opuesto al tramo F_B . El contraste que produce \vec{d}_6 es mucho más intenso que el que produce \vec{d}_4 en la figura 7.13. Puede compararse además el contraste que produce la dislocación intermedia \vec{d}_7 con \vec{d}_5 en la figura 7.13.

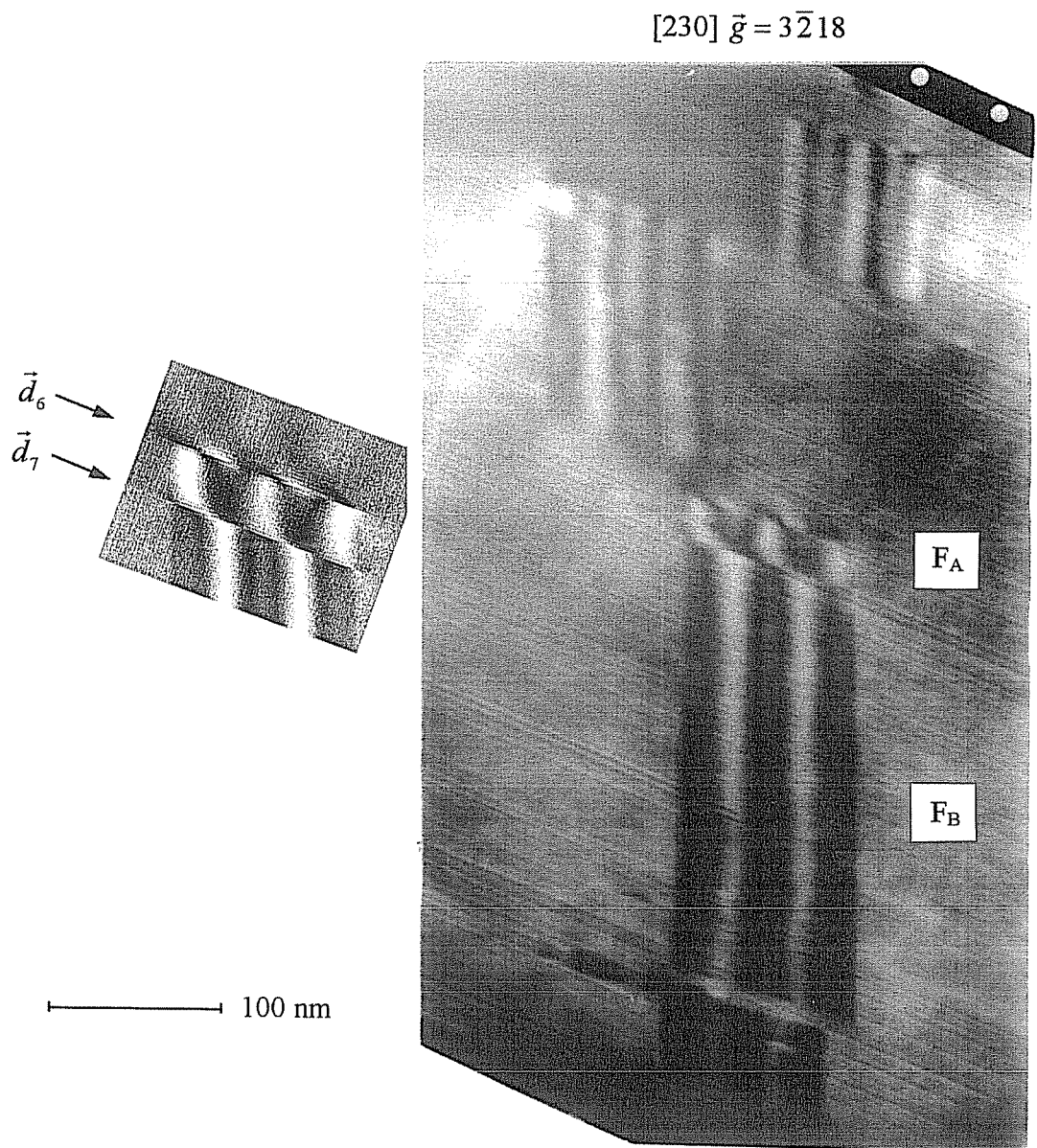


Figura 7.19: Sistema III (18R). Idem a la anterior pero con el vector de difracción opuesto. Comparar con la figura 7.14.

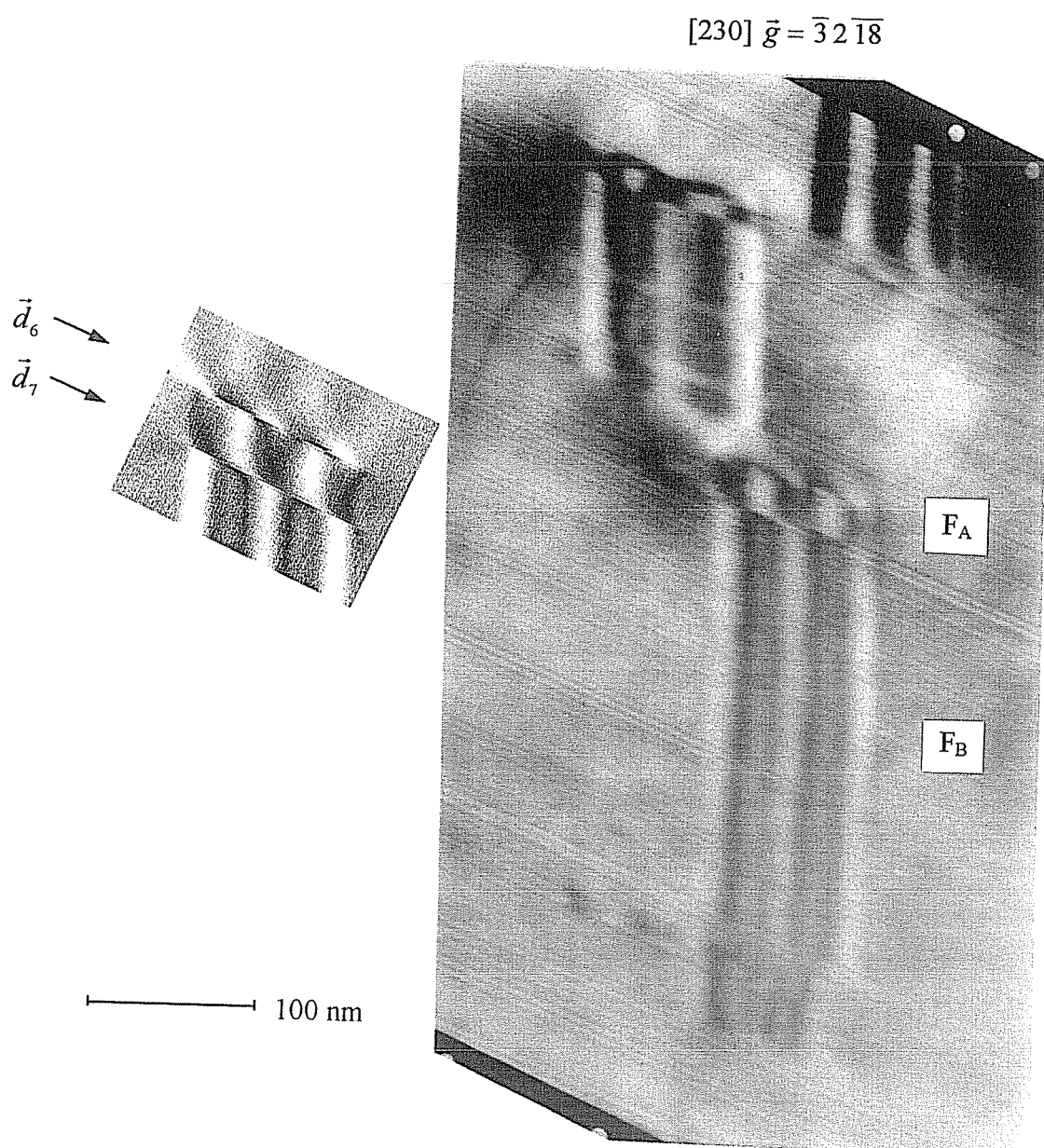
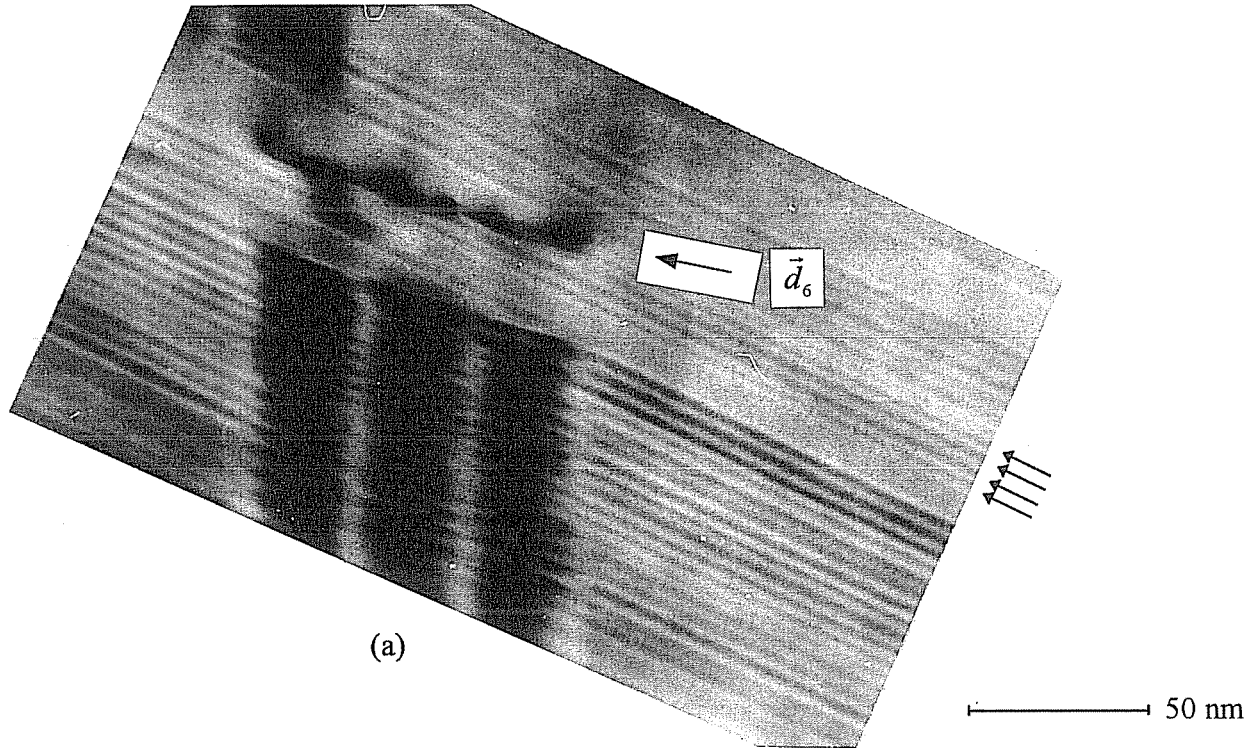
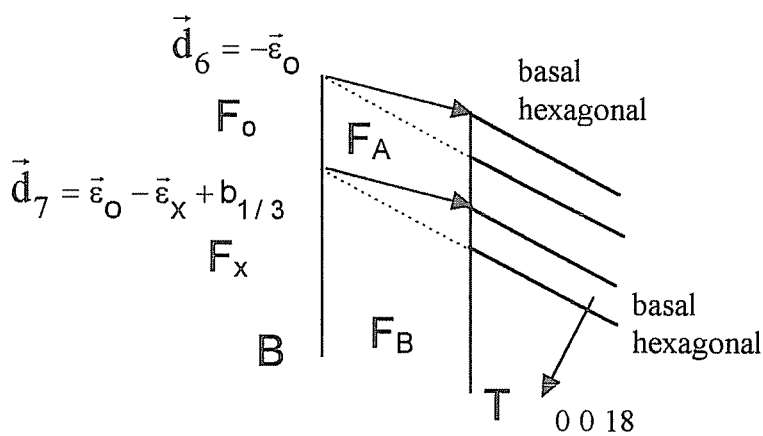


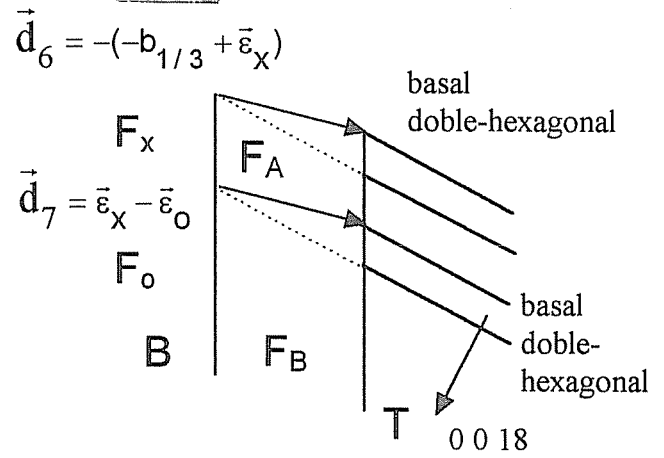
Figura 7.20: a) Detalle de la dislocación \vec{d}_6 en la figura 7.16. Las flechas indican las franjas oscuras de la falla basal que la origina. b) y c) Esquemas de los defectos para los dos casos posibles. d) Simulación para el caso 2 donde \vec{d}_6 es originada por una falla basal doble-hexagonal. e) Caso 2 donde \vec{d}_6 es originada por dos hexagonales próximas.



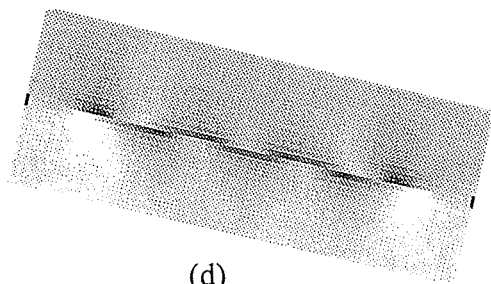
(a)



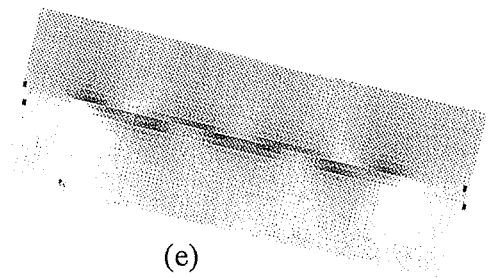
(b) caso (1)



(c) caso (2)



(d)



(e)

separadas una cierta distancia, aparece una falla NB intermedia que las conecta. Las partes (d) y (e) muestran las simulaciones de \vec{d}_6 para el caso de fallas basales adyacentes y separadas, respectivamente. La separación de las fallas es aproximadamente $0.05 \xi_{320}$. En el caso de ser adyacentes, la simulación coincide con la de la figura 7.16 y el vector de Burgers de la dislocación es $\vec{d}_6 = -(\vec{\varepsilon}_x^A - \vec{b}_{1/3})$ (indicada por el símbolo $\nabla 1$ en la fig. 7.3). Si permitimos una pequeña separación, debemos desdoblar a \vec{d}_6 en dos nuevas dislocaciones:

$$\begin{aligned}\vec{d}_6^1 &= -\vec{\varepsilon}_o^B, \\ \vec{d}_6^2 &= \vec{\varepsilon}_o^B - \vec{\varepsilon}_x^A + \vec{b}_{1/3},\end{aligned}$$

donde \vec{d}_6^1 es la dislocación del extremo de la falla NB y \vec{d}_6^2 es la inmediatamente consecutiva. Vemos que la suma es \vec{d}_6 . La simulación en el punto (e) muestra una dislocación cualitativamente parecida a la del punto (d) pero con lóbulos más desarrollados. Esto se debe a que en realidad son dos dislocaciones separadas, con un pequeño tramo de falla F_B intermedia. Comparando las simulaciones con la imagen notamos que el contraste que corresponde a la dislocación desdoblada concuerda mejor.

De estas observaciones podemos considerar que el caso 2, y no el 1, es la solución.

A partir de los resultados 7.19 y 7.22 encontramos que la solución para las dislocaciones en los extremos de F_x pertenece a la zona 1 (fig. 6.18(a)), ya sea para F_A ó F_B , mientras que la solución para las dislocaciones de F_o se encuentra en la zona 3 (fig. 6.18(b)), tanto para F_A como para F_B . A partir de las relaciones 7.17 obtenemos :

$$\vec{v}_x = [000], \quad (7.23)$$

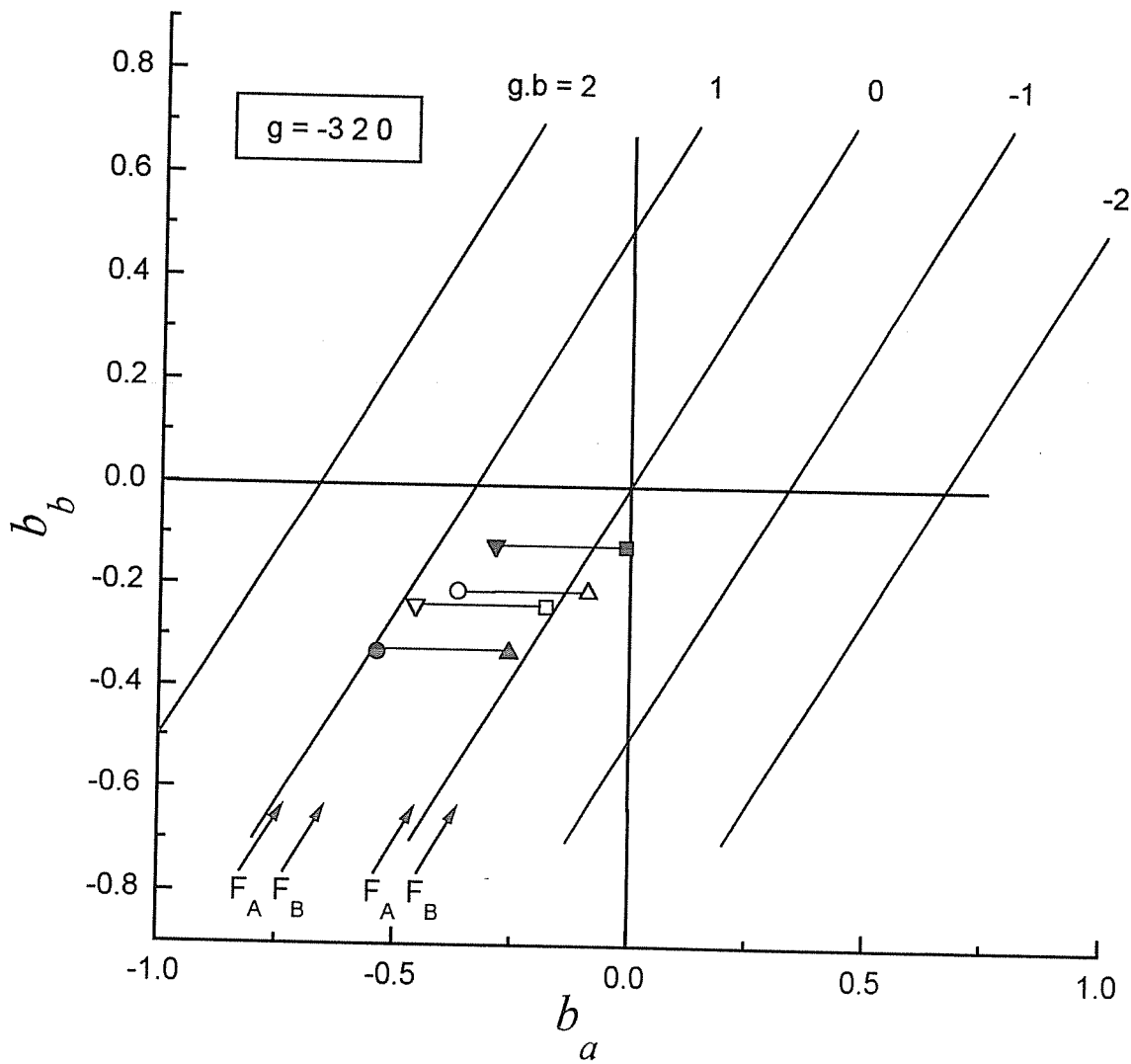
$$\vec{v}_o = -\vec{v}_1 = -\frac{1}{4}[210]. \quad (7.24)$$

Reemplazando estos valores en 7.8 y 7.9 ó 7.10 y 7.11 resulta:

$$\begin{aligned}\vec{\varepsilon}_o^{A,B} &= \vec{V}_0 + \vec{R}_{A,B} - \frac{1}{4}[210], \\ \vec{\varepsilon}_x^{A,B} &= -\vec{V}_0 + \vec{R}_{A,B}\end{aligned} \quad (7.25)$$

donde \vec{V}_0 viene dado por 7.12 y los valores de \vec{R}_A y \vec{R}_B se obtuvieron en el capítulo anterior (ec. 6.20 con $|\alpha| < 0.5$).

Figura 7.21: Solución para los vectores de Burgers de las dislocaciones parciales en los extremos de las fallas NB.



Caso 1				Caso 2			
●	ϵ_o^A	■	ϵ_x^B	○	ϵ_o^B	□	ϵ_x^A
▼	$\epsilon_x^B - b_{1/3}$	▲	$\epsilon_o^A + b_{1/3}$	▽	$\epsilon_x^A - b_{1/3}$	△	$\epsilon_o^B + b_{1/3}$

Las soluciones se grafican en la figura 7.21. La relajación para F_x es ■ ó □ y para F_o es ● ó ○. Si bien hemos encontrado un indicio de que el caso 2 es el válido, también hemos graficado las soluciones para caso 1.

Analizaremos a continuación las dislocaciones intermedias en las fallas NB. Existen dos posibilidades (ver fig. 7.7). Las producidas por una falla basal hexagonal simple dan origen a una dislocación con vector de Burgers:

$$\vec{b}_{int1} = \pm(\vec{b}_{1/3} + \vec{\varepsilon}_o - \vec{\varepsilon}_x), \quad (7.26)$$

mientras que las producidas por una falla basal hexagonal doble dan:

$$\vec{b}_{int2} = \pm(\vec{\varepsilon}_o - \vec{\varepsilon}_x). \quad (7.27)$$

Para el caso 2, $\vec{\varepsilon}_o$ corresponde al símbolo ○ en la figura 7.21, $\vec{b}_{1/3} + \vec{\varepsilon}_o$ corresponde al símbolo △, $\vec{\varepsilon}_x$ corresponde al □ y $\vec{\varepsilon}_x - \vec{b}_{1/3}$ corresponde al ▽. Entonces la dislocación \vec{b}_{int1} correspondiente a este caso ($b_{int1}^{(2)}$) es la diferencia entre el □ y el △ ó lo que es lo mismo, entre el ○ y el ▽. Por su parte $b_{int2}^{(2)}$ es la diferencia entre el ○ y el □. Los módulos de las dislocaciones son: $|\vec{b}_{int1}^{(2)}| = 0.53\text{\AA}$ y $|\vec{b}_{int2}^{(2)}| = 0.90\text{\AA}$.

Comparando \vec{d}_5 y \vec{d}_7 se observa que presentan un contraste cualitativamente diferente en las mismas condiciones de difracción, es decir que corresponden una a \vec{b}_{int1} y otra a \vec{b}_{int2} . Para \vec{d}_5 se encontró que el ajuste lo proporciona $\vec{b}_{int1}^{(2)}$ y para \vec{d}_7 el adecuado es $\vec{b}_{int2}^{(2)}$, como muestran las simulaciones que acompañan a las imágenes de estas dislocaciones.

En los esquemas de la figura 7.20 hemos indicado de qué lado proviene la falla basal que transforma a la NB de F_A a F_B , donde se encuentra la dislocación \vec{d}_7 y de qué tipo es. Vemos que el caso 2 concuerda nuevamente.

7.5 Análisis de las fallas NB y sus dislocaciones con otros vectores de difracción

Escribiremos \vec{R}_A y \vec{R}_B a partir del vector desplazamiento de las fallas de apilamiento de plano basal (ec. 7.1):

$$\begin{aligned} \vec{R}_o^{A,B} &= -\vec{R}_H + \vec{\varepsilon}_o^{A,B}, \\ \vec{R}_x^{A,B} &= \vec{R}_H + \vec{\varepsilon}_x^{A,B}. \end{aligned} \quad (7.28)$$

Reemplazando $\overrightarrow{\varepsilon_o^{A,B}}$ y $\overrightarrow{\varepsilon_x^{A,B}}$ por sus respectivos valores 7.25, y recordando que $\overrightarrow{R_H} = \frac{1}{18}[691] + \frac{2}{3}\rho[100]$ obtenemos:

Caso 1:

$$\begin{aligned}\overrightarrow{R_o^A} &= \alpha_{0018} \frac{1}{18}[\overline{461}] - \alpha_{1\overline{28}} \frac{1}{4}[230] - \frac{1}{18}[14, 12, 1], \\ \overrightarrow{R_x^B} &= \alpha_{0018} \frac{1}{18}[\overline{461}] + \alpha_{3\overline{20}} \frac{1}{4}[210] - \alpha_{1\overline{28}} \frac{1}{4}[230] + \frac{1}{36}[10, 15, 2].\end{aligned}\quad (7.29)$$

Caso 2:

$$\begin{aligned}\overrightarrow{R_x^A} &= \alpha_{0018} \frac{1}{18}[\overline{461}] - \alpha_{1\overline{28}} \frac{1}{4}[230] + \frac{1}{36}[10, 15, 2], \\ \overrightarrow{R_o^B} &= \alpha_{0018} \frac{1}{18}[\overline{461}] + \alpha_{3\overline{20}} \frac{1}{4}[210] - \alpha_{1\overline{28}} \frac{1}{4}[230] - \frac{1}{18}[14, 12, 1].\end{aligned}\quad (7.30)$$

El ultimo término en cada una de las ecuaciones es la nueva componente que le agregamos a las soluciones anteriores 6.20. Notamos que estos nuevos valores satisfacen las mismas condiciones para los valores de α con cualquiera de los vectores de difracción analizados. Estas nuevas soluciones quedan indeterminadas únicamente por vectores de orden de la estructura que son $\overrightarrow{v_1}$, $\overrightarrow{v_2}$ y $3\overrightarrow{v_3}$ (ecs. 6.17). Esta indeterminación es más restringida que la red de soluciones del capítulo anterior.

A partir de los valores de α que se consideren en 7.29 y 7.30, se obtienen los valores de los otros que intervienen sólo a través de las relaciones:

$$\begin{aligned}\alpha_{1\overline{2}10} &= \alpha_{1\overline{28}} + \alpha_{0018}, \\ \alpha_{3\overline{2}18} &= \alpha_{0018} + \alpha_{3\overline{20}}.\end{aligned}\quad (7.31)$$

7.5.1 Análisis con $\overrightarrow{g} = \overline{3}218$

Analizaremos este caso para verificar si el contraste que predice el vector de falla encontrado concuerda con el experimental. Para ello hemos observado el mismo conjunto de fallas del sistema III(18R) con este nuevo vector, que también pertenece al eje de zona $[230]$. El contraste originado por $\overrightarrow{g} = \overline{3}218$ se muestra en la figura 7.22. Observamos que el segmento con características de F_A en la falla 1 posee bordes oscuros y el segmento F_B presenta un contraste débil y con bordes también oscuros.

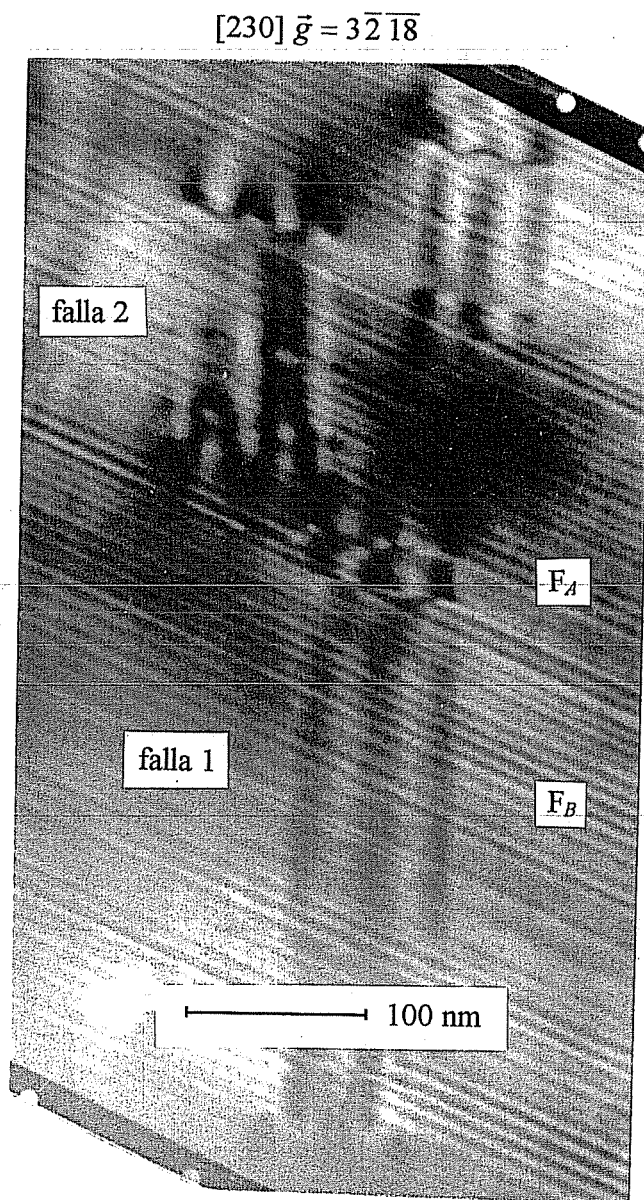
El $\alpha_{3\overline{2}18}$ puede calcularse de la siguiente manera:

$$\alpha_{3\overline{2}18} = \alpha_{3\overline{20}} - \alpha_{0018}, \quad (7.32)$$

de modo que a partir de los valores de la tabla 6.3 obtenemos

$$\begin{aligned}\alpha_{3\overline{2}18}(F_A) &= -0.25, \\ \alpha_{3\overline{2}18}(F_B) &= 0.25 - 0.40 = -0.15.\end{aligned}\quad (7.33)$$

Figura 7.22: Sistema III (18R) observado con $\vec{g} = 3\overline{2}1\overline{8}$.



Como estos valores de α son negativos predicen bordes oscuros. Estos resultados están de acuerdo con las observaciones anteriores.

Sin embargo, observando la falla 2 notamos que presenta bordes claros, hecho que no es esperado según los valores de 7.33. A partir de la figura 7.19 podemos deducir que la falla 2 corresponde, en su mayor parte, a una F_B como la parte inferior de la falla 1. Sin embargo, observada con $\vec{g} = 3\bar{2}18$ presenta el contraste opuesto: F_B de la falla 1 en la figura 7.22 presenta bordes oscuros mientras que F_B de la falla 2 en la misma figura presenta bordes claros. Este hecho podemos explicarlo si asumimos que la relajación no es única sino que se presenta alrededor de un cierto valor promedio. Dentro del rango de valores aceptados para F_B (fig. 6.22) resulta que para este \vec{g} existen vectores de falla que presentan contrastes opuestos. Consideraremos como solución aquellos vectores de falla que para este caso presenten contraste nulo.

Haremos un pequeño ajuste a los valores de $\alpha(F_B)$ en la tabla 6.3, manteniéndonos en los rangos establecidos en la tabla 6.4, de modo que $\alpha_{3\bar{2}18}(F_B) = 0$. De 7.32 tenemos que $\alpha_{3\bar{2}0} = \alpha_{0018}$. Tomamos $\alpha_{3\bar{2}0} = \alpha_{0018} = 0.33$ y verificamos el resto de los α :

$$\alpha_{3\bar{2}18} = \alpha_{0018} + \alpha_{3\bar{2}0} = 0.66 \equiv -0.33$$

$$\alpha_{1\bar{2}8} = \alpha_{1\bar{2}10} - \alpha_{0018} = 0.36 - 0.33 = 0.03$$

No hemos alterado el valor de $\alpha_{1\bar{2}10}$. Vemos que todos los valores se mantienen en el rango establecido cumpliendo además $\alpha_{3\bar{2}18}(F_B) = 0$. Como resumen de los valores de α tenemos:

\vec{g}	$\alpha(F_A)$	$\alpha(F_B)$
0 0 18	0.25	0.33
1 $\bar{2}$ 10	0.36	0.36
3 $\bar{2}$ 0	0	0.33
3 $\bar{2}$ 18	0.25	-0.33
1 $\bar{2}$ 8	0.11	0.03
$\bar{3}$ 2 18	0.25	0

(7.34)

donde usamos la notación de la tabla 7.1. Los valores de $\alpha(F_A)$ son los mismos que utilizamos para el cálculo de las relajaciones, mientras que los de $\alpha(F_B)$ son levemente diferentes. A partir de 7.34 recalculamos los valores para las dislocaciones reemplazando 6.20 y 7.12 en las ecuaciones 7.25, o por medio de las ecuaciones 7.28 aprovechando el cálculo hecho en las ecuaciones 7.29 y 7.30. De ese modo

obtuvimos los siguientes valores:

$$\begin{aligned}
 \bullet \quad \vec{\varepsilon}_o^A &= [-0.54 \quad -0.33 \quad 0.014] \\
 \blacktriangle \quad \vec{\varepsilon}_o^A + \vec{b}_{1/3} &= [-0.26 \quad -0.33 \quad 0.014] \\
 \circ \quad \vec{\varepsilon}_o^B &= [-0.35 \quad -0.22 \quad 0.018] \\
 \triangle \quad \vec{\varepsilon}_o^B + \vec{b}_{1/3} &= [-0.07 \quad -0.22 \quad 0.018] \\
 \blacksquare \quad \vec{\varepsilon}_x^B &= [0.00 \quad -0.13 \quad 0.018] \\
 \blacktriangledown \quad \vec{\varepsilon}_x^B - \vec{b}_{1/3} &= [-0.28 \quad -0.13 \quad 0.018] \\
 \square \quad \vec{\varepsilon}_x^A &= [-0.18 \quad -0.24 \quad 0.014] \\
 \nabla \quad \vec{\varepsilon}_x^A - \vec{b}_{1/3} &= [-0.46 \quad -0.24 \quad 0.014]
 \end{aligned} \tag{7.35}$$

Presentamos un gráfico de estos valores en el capítulo final.

7.5.2 Análisis con $\vec{g} = 040$

En el capítulo anterior hemos establecido una forma de distinguir a las fallas F_A y F_B , debido a que encontramos que con $\pm \vec{g} = 3\bar{2}18$ las fallas presentan contrastes opuestos. Para determinar el contraste que cada una de estas fallas presenta con $\vec{g} = 040$ hemos observado muestras desde un eje de zona que contuviera a vectores $3\bar{2}18$ y 040 . Este eje de zona es el $[\bar{6}01]$ que se encuentra a 55.8° del $[\bar{1}00]$ y está graficado en la figura 7.23(b). Desde esta dirección las fallas se ven “desde arriba” (ver fig. 6.3).

Los resultados de las observaciones se muestran en la figura 7.23. En el punto (a) notamos que la falla NB corresponde a una F_A porque presenta bordes claros con $\vec{g} = 3\bar{2}18$. Cuando F_A es observada con $\pm \vec{g} = 040$ resulta prácticamente invisible.

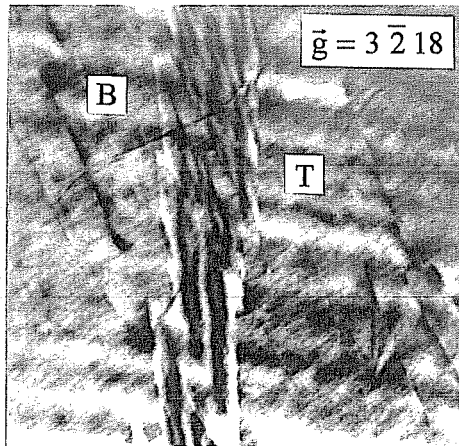
Para las F_B encontramos que son visibles, pero no pudimos establecer las características del contraste.

Si calculamos α_{040} de las fallas NB a partir de las ecuaciones 7.29 y 7.30 con los valores de $\alpha(F_A)$ en 7.34 encontramos:

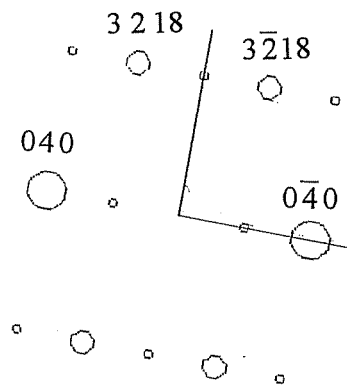
$$\begin{aligned}
 \text{caso 1} &: \alpha_{040}(F_A) \equiv -0.32, \\
 \text{caso 1} &: \alpha_{040}(F_B) \equiv -0.52, \\
 \text{caso 2} &: \alpha_{040}(F_A) \equiv 0, \\
 \text{caso 2} &: \alpha_{040}(F_B) \equiv 0.12
 \end{aligned}$$

Estos resultados están a favor del caso 2, debido a que en ese caso las fallas F_A son invisibles con $\pm \vec{g} = 040$ como en las imágenes 7.23(c) y (d).

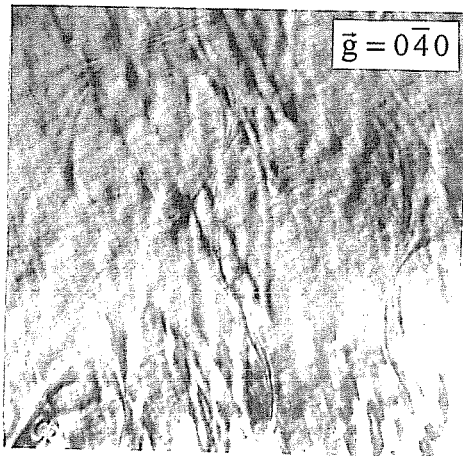
Figura 7.23: Contraste de una falla F_A observada desde $[\bar{6}01]$ en diferentes condiciones de difracción. a) Identificación de la falla como F_A . b) Eje de zona. c) y d) Contraste de F_A originado con el vector de difracción $\mp\vec{g} = 040$.



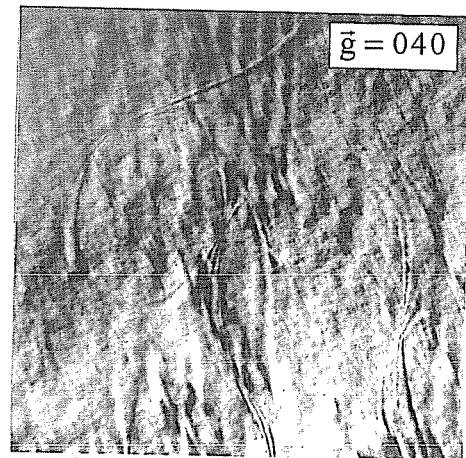
(a)  200 nm



(b) $\vec{n} \approx \vec{B} \approx [\bar{6}01]$



(c)



(d)

Desde el eje de zona $[100]$ también pueden observarse las fallas con este vector de difracción. La figura 7.24 muestra tres imágenes de una misma falla, observada con $\vec{g} = 00\bar{1}8$ y $\pm\vec{g} = 040$ desde $[\bar{1}00]$. Notamos que la falla es prácticamente invisible con $\pm\vec{g} = 040$, es decir que si vale el caso 2 la falla corresponde a F_A . En el extremo de la falla NB puede observarse un nítido contraste producido por una dislocación. Considerando que la relajación en este defecto viene dada por $\vec{\varepsilon}_x^A$ (ec. 7.35) tenemos que $\vec{g} \cdot \vec{b} = (040) \cdot \vec{\varepsilon}_x^A \approx -1$. En estas condiciones, la falla es invisible pero la dislocación no lo es. Las simulaciones en la figura 7.24 corresponden a esta relajación.

Veremos si cabe la posibilidad de que la falla F_A del caso 1 pueda ser invisible permitiendo variaciones del resto de los α dentro de los rangos aceptados. Sabemos que para F_A debe cumplirse $\alpha_{1\bar{2}8}(F_A) \gtrsim 0$ (ec. 6.9). Además $0 < \alpha_{0018} < 0.5$ para todas las fallas (ec. 6.10). En la figura 7.25 hemos graficado la zona en que se encuentran los α para F_A . Los puntos (a) y (b) corresponden a los casos 1 y 2, respectivamente. En función de $\alpha_{1\bar{2}8}$ y α_{0018} hemos calculado las rectas correspondientes a $\alpha_{1\bar{2}10}$ constante por medio de la ecuación 7.31. Como $0 < \alpha_{1\bar{2}10} < 0.5$ (ec. 6.11), la solución debe restringirse a esta zona que resulta con forma triangular.

Sobre los gráficos de la figura 7.25 hemos trazado las rectas correspondientes a $\alpha_{040}(F_A)$ entero. El valor de $\alpha_{040}(F_A)$ indicado corresponde a $\vec{g} \cdot \vec{\varepsilon}_A$ (ecs. 7.28, 7.29 y 7.30). Esta cantidad debe valer -1 para que la falla sea invisible y la dislocación presente el contraste de la figura 7.24(b) y (c). En ambos gráficos hemos indicado por medio de un punto la solución encontrada para F_A en las ecuaciones 7.34. En el caso 2, el punto cae muy próximo a la recta correspondiente a $\alpha(040) = -1$ y por lo tanto F_A es invisible, mientras que la dislocación permanece visible. En cambio, para el caso 1 es necesario variar los parámetros para obtener el mismo resultado. De acuerdo a los rangos en la tabla 6.4, ningún punto de la recta $\alpha(040) = -1$ para el caso 1 satisface todas las condiciones. Esto es otra prueba a favor del caso 2.

7.6 Resumen

Hemos encontrado varias pruebas a favor del caso 2, es decir que las fallas F_A son las fallas F_x y las fallas F_B son las F_o . Los valores de $\alpha(F_A)$ y $\alpha(F_B)$ se presentaron en las relaciones 7.34.

En función de estos parámetros se puede determinar el vector desplazamiento

Figura 7.24: Contraste de las fallas y dislocaciones parciales observadas con el vector de difracción $\vec{g} = 040$.

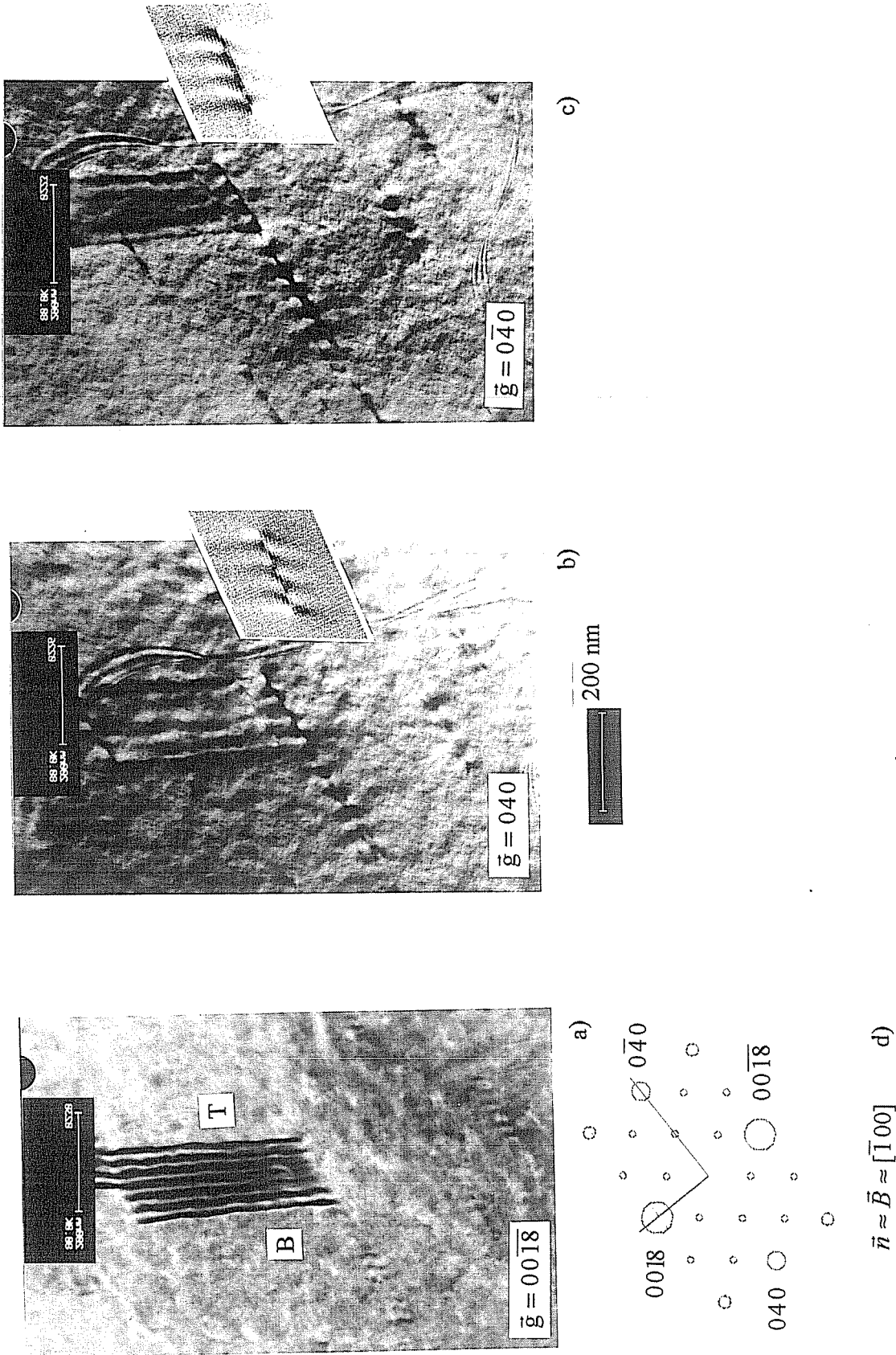
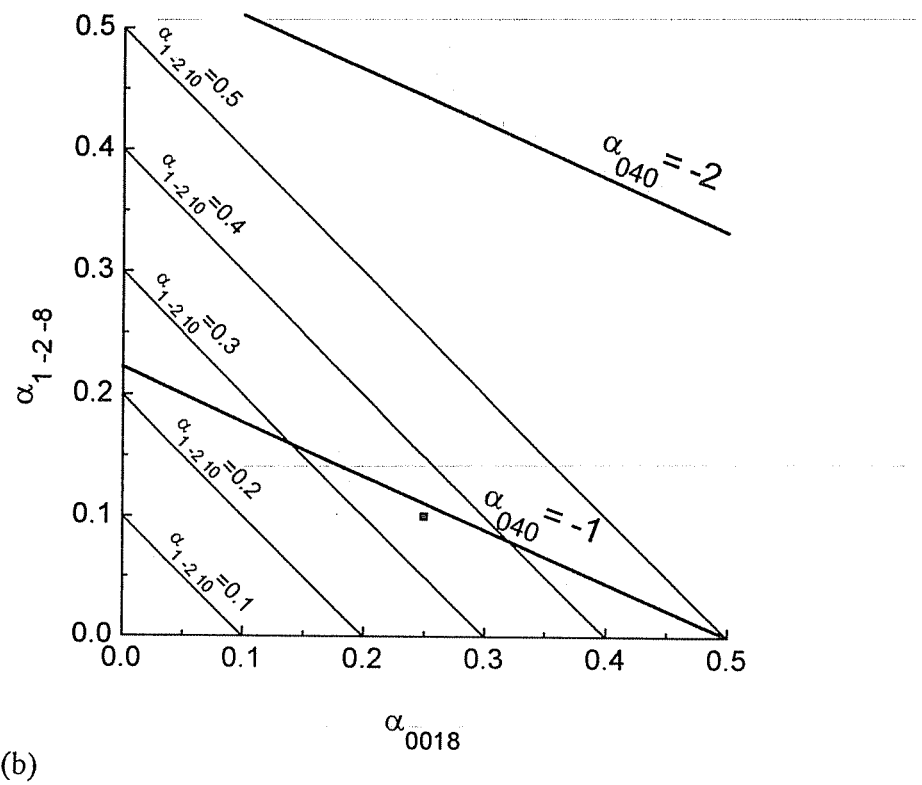
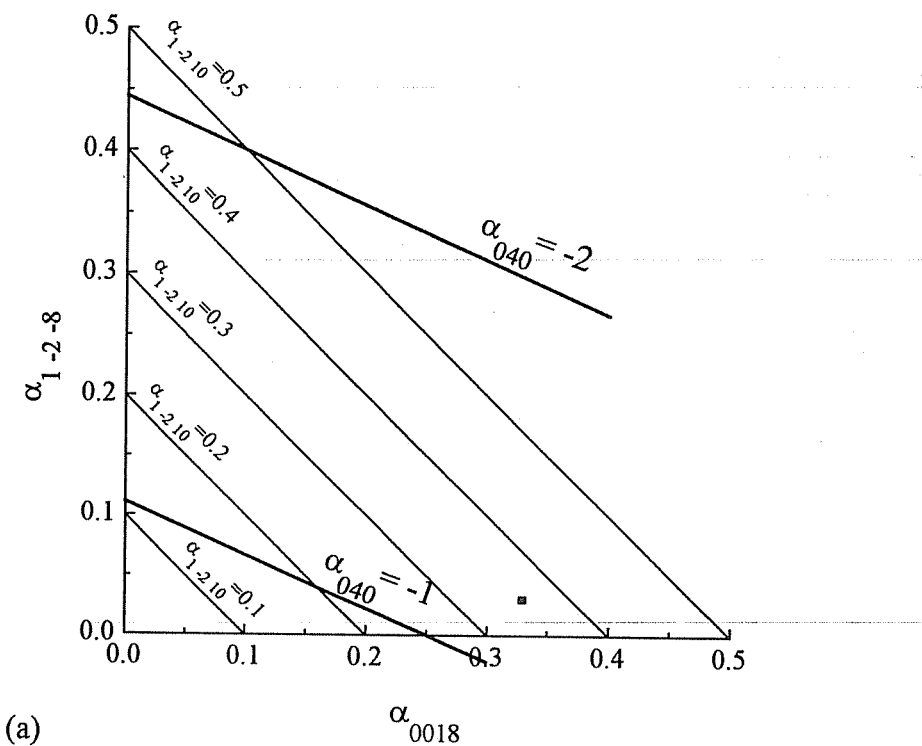


Figura 7.25: Ajuste de los valores de α para lograr $\alpha_{040}(F_A)$ entero. a) Caso 1: $F_A = F_o$. b) Caso 2: $F_A = F_x$.



de las fallas NB por medio de las relaciones 7.30 obteniéndose:

$$\begin{aligned}\vec{R}_o &= 0.30[100] + 0.28[010] - 0.037[001] \\ \vec{R}_x &= 0.17[100] + 0.26[010] + 0.069[001].\end{aligned}\tag{7.36}$$

Existen dos posibles dislocaciones para cada falla detalladas en las relaciones 7.35. Para F_o la dislocación puede ser $\vec{\varepsilon}_o$ ó $\vec{\varepsilon}_o + \vec{b}_{1/3}$ donde:

$$\vec{\varepsilon}_o = -0.35[100] - 0.22[010] + 0.018[001]$$

siendo $\vec{b}_{1/3} = (\frac{1}{3} - 2\rho)[100]$. Para F_x la dislocación puede ser $\vec{\varepsilon}_x$ ó $\vec{\varepsilon}_x - \vec{b}_{1/3}$ donde:

$$\vec{\varepsilon}_x = -0.18[100] - 0.24[010] + 0.014[001].$$

Capítulo 8

HRTEM de las fallas NB en 18R

La dirección $[210]$ es apropiada para obtener imágenes por microscopía electrónica de alta resolución (HRTEM) debido a que los átomos están dispuestos en columnas separadas entre sí por una distancia mayor que 2\AA . Las columnas atómicas se corresponden con puntos en la imagen [44]. Además, es una dirección interesante debido a que se puede detectar el apilamiento con sus fallas y los defectos NB están prácticamente de canto. Existen dos direcciones adicionales desde las cuales el plano basal está de canto y los átomos encolumnados (direcciones $[010]$ y $[\bar{2}\bar{1}0]$ como se indica en la fig. 1.5). Estas direcciones no son aptas para estudiar los defectos NB debido a que éstos están muy inclinados. Desde $\langle 210 \rangle$ las columnas atómicas son equivalentes en cuanto al orden, pero desde $[010]$ son diferentes.

8.1 Análisis del vector desplazamiento para las fallas NB

Sabemos que existen dos clases de fallas, por las características del contraste que presentan en condición de dos haces, a las cuales hemos llamado F_A y F_B . En particular, desde el eje de zona $[210]$ F_A y F_B presentan contrastes similares tornándose indistinguibles: $\alpha(F_A) \sim \alpha(F_B)$ para $\vec{g} = 0018$, $\vec{g} = \bar{1}28$, $\vec{g} = 1\bar{2}10$. Esto implica que los planos cristalinos perpendiculares a este eje de zona están desplazados de la misma manera en las dos fallas NB. De acuerdo al modelo cristalográfico, esperamos únicamente dos clases de fallas; en consecuencia hemos considerado que F_A y F_B corresponden a F_x y F_o , o viceversa.

Observada por HRTEM, la estructura con defectos se presenta como en la figura 3.4. Desde la dirección $[\bar{2}\bar{1}0]$ se detecta directamente en la imagen la secuencia de planos basales ABCBCACAB de la estructura perfecta. Además, desde este eje de zona las fallas NB presentan la inclinación indicada en la figura

3.4. Estas dos características permiten determinar si el eje de zona es $[210]$ ó $[\bar{2}\bar{1}0]$.

De acuerdo a la figura 3.4, a partir de la secuencia a cada lado de una falla NB, puede deducirse de qué clase de falla se trata: F_x ó F_o . Si desde $[\bar{2}\bar{1}0]$ la secuencia a la derecha está desplazada un plano hacia abajo se trata de una F_o , de lo contrario es una F_x . Es decir que por HRTEM sabemos si la falla NB es F_x ó F_o pero no podemos decir si es F_A ó F_B .

Para analizar el desplazamiento de los planos cristalográficos al cruzar las fallas F_x y F_o desde $[\bar{2}\bar{1}0]$, debemos comparar la parte de la derecha respecto de la izquierda. De ese modo, obtendremos el α que corresponde al caso en que las fallas están observadas "desde arriba".

Para un estudio cuantitativo de la relajación en las fallas NB, analizamos imágenes de F_x y F_o observadas por HRTEM.

La figura 8.1 muestra una falla NB desde el eje de zona $[\bar{2}\bar{1}0]$. Por los apilamientos indicados a los costados se trata de una F_x . Puede observarse que los planos (0018) y $(1\bar{2}10)$ sufren un desplazamiento apreciable al cruzar el defecto. Los valores de los desplazamientos (δ) para F_x , medidos en la imagen, son:

$$\begin{aligned}\delta_{\bar{1}28} &= \text{despreciable}, \\ \delta_{0018} &= (0.25 \pm 0.10)d_{0018}, \\ \delta_{1\bar{2}10} &= (0.30 \pm 0.10)d_{1\bar{2}10},\end{aligned}\tag{8.1}$$

donde $d_{0018} = d = 0.213$ nm es la distancia entre planos basales (ec. 1.7). Los valores hallados están de acuerdo con el rango establecido para los α en la tabla 6.4 (recordar la relación entre α y δ graficada en la fig. 2.9(b)). Si vale el caso 2, esta falla corresponde a F_A . En ese caso deberíamos notar un pequeño desplazamiento de los planos $(\bar{1}28)$; sin embargo, no es fácil detectarlo en la imagen debido a que los planos son prácticamente paralelos al defecto y el desplazamiento es muy pequeño.

A diferencia de las fallas de apilamiento de plano basal, el desplazamiento en las fallas NB se detecta por rotaciones locales de los planos. Observamos que los planos (0018) y $(1\bar{2}10)$ están rotados por un ángulo $\theta = (2 \pm 0.5)^\circ$ como se indica en el esquema de la figura 8.2. Caben dos posibilidades: la rotación de los planos cristalinos es real, o es un efecto producido por la inclinación del defecto respecto al eje de zona. Nos inclinamos por la primera debido a que en el caso contrario no esperaríamos una buena definición en la imagen de las columnas atómicas en el defecto. De este modo, el defecto pasa de ser estrictamente planar a tener un cierto espesor de algunas capas atómicas. A continuación haremos un análisis para estimar este espesor.

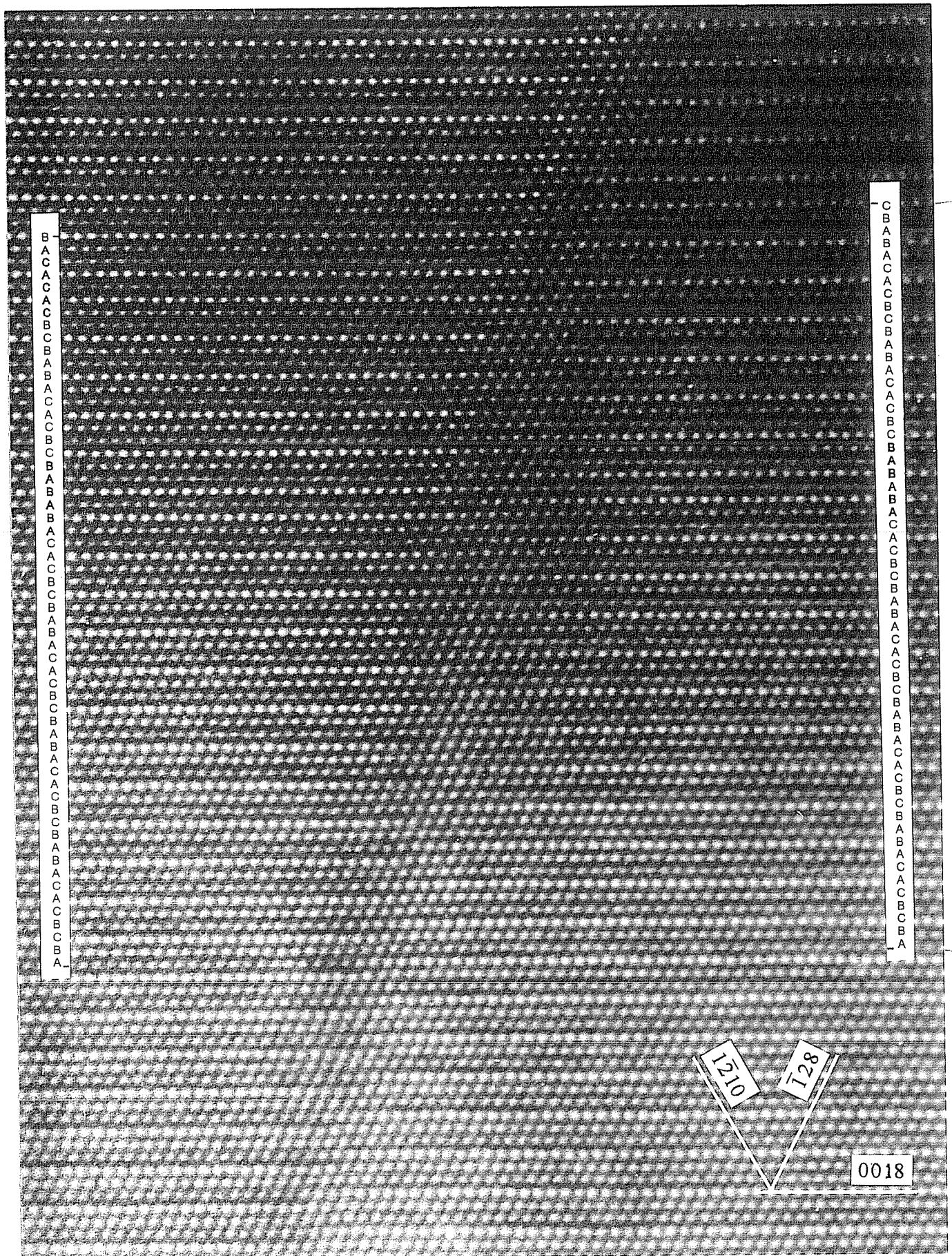
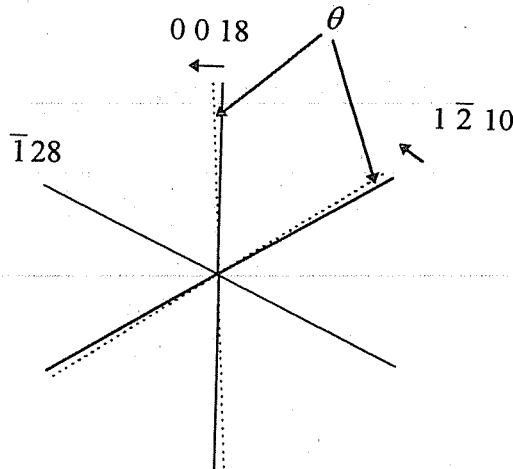


Figura 8.1: Imagen de alta resolución de una falla F_x desde el eje de zona $[2\bar{1}0]$. Se observa que en el defecto los planos (0018) y ($1\bar{2}10$) sufren un pequeño desplazamiento. Los planos ($1\bar{2}8$) no se distorsionan. La distancia entre planos basales es 0.21 nm.

Figura 8.2: Rotaciones relativas de los planos en el defecto (línea punteada) respecto a la estructura 18R (línea llena) desde $[2\bar{1}0]$. Hemos indicado los planos por sus normales.



Angulo entre
 $\bar{1}28$ y 0018 : 64°
 0018 y $1\bar{2}10$: 60°
 $\theta \approx 2^\circ$

Si relacionamos el desplazamiento de los planos con la rotación de los mismos obtenemos el espesor del defecto w como se indica en la figura 8.3(a):

$$w = \frac{\delta_{0018}}{\tan \theta} = 1.5 \text{ nm} \quad (8.2)$$

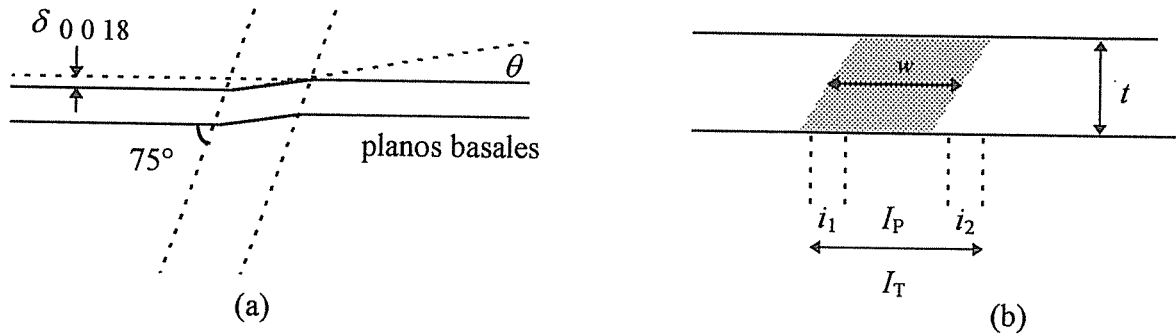
medido a lo largo de un plano basal. Este espesor no puede obtenerse directamente de la imagen debido a que la falla NB (plano $(\bar{2}39)$) está inclinada 7.7° respecto al eje de zona $[210]$. Sin embargo, utilizaremos este resultado y consideraremos la inclinación del defecto para estimar el espesor que produciría en la imagen y comparar con el resultado experimental.

La rotación de los planos basales en la imagen 8.1 se percibe en un segmento I_P de aproximadamente seis columnas atómicas. Sin embargo, el área total afectada por la presencia del defecto (I_T) es mayor y corresponde a unas diez columnas atómicas. La distancia entre las columnas atómicas en el plano basal se calcula a partir del parámetro de red a_{18R} (ec. 1.6) y el ángulo entre $[100]$ y $[210]$ (ec. 1.9): $a_{18R} \sin(31.3^\circ) = 0.22 \text{ nm}$; entonces $I_P = 1.1 \text{ nm}$ e $I_T = 2 \text{ nm}$.

En la figura 8.3(b) se muestra la proyección del defecto en la pantalla en la cual pueden distinguirse tres zonas: i_1 e i_2 que corresponden a una superposición del defecto y la estructura, e I_P que corresponde a la imagen pura del defecto. Hemos asumido que si una componente supera el 75% del espesor domina la imagen. De la figura 8.3(b) resulta:

$$\begin{aligned} i_1 &= i_2 = \frac{1}{2} t \tan 7.7^\circ, \\ I_P &= w - i_1, \\ I_T &= w + i_1, \end{aligned} \quad (8.3)$$

Figura 8.3: a) Esquema de la rotación y el desplazamiento de los planos basales a través de la falla NB, desde $[\bar{2}10]$. b) Esquema de la muestra con el defecto de canto. Debido al espesor del defecto se puede obtener una imagen de éste en la zona I_P en una muestra delgada.



donde t es el espesor de la muestra. Usando el valor de w de la ecuación 8.2 y tomando $I_P = 1.1$ nm resulta $i_1 \approx 0.4$ nm e $I_T \approx 1.9$ nm, en buen acuerdo con las observaciones. El espesor de la muestra resulta $t = 6$ nm, que es un valor razonable dada la buena resolución atómica de la imagen.

Por último, medimos la traza del defecto que forma un ángulo de $(75 \pm 2)^\circ$ con los planos basales. A partir de este valor y de la rotación de los planos se obtiene el cambio en las distancias interplanares. No hemos detectado cambios en la distancia interplanar entre planos $(\bar{1}28)$. En cambio, la distancia entre los planos basales disminuye $(1 \pm 0.6)\%$ mientras que el espaciado de los planos $(1\bar{2}10)$ se incrementa $(2 \pm 0.8)\%$ en el defecto. Las distancias interplanares medidas, la traza del defecto y la rotación de los planos son valores autoconsistentes.

Hemos llevado a cabo un análisis similar para una falla F_o como la que se muestra en la imagen 8.4. Si bien la resolución atómica no alcanza a definir los átomos claramente en toda la imagen, en el defecto es suficientemente buena como para medir el desplazamiento de los planos cristalinos. Para F_o encontramos:

$$\begin{aligned} \delta_{\bar{1}28} &= \text{despreciable}, \\ \delta_{0018} &= (0.35 \pm 0.10)d_{0018}, \\ \delta_{1\bar{2}10} &= (0.30 \pm 0.10)d_{1\bar{2}10}. \end{aligned} \quad (8.4)$$

Estos valores están de acuerdo con el rango establecido para cada α en la tabla 6.4.

También detectamos que los planos (0018) y $(1\bar{2}10)$ están rotados por un ángulo $\theta = (2 \pm 0.5)^\circ$ como se indica en el esquema de la figura 8.2. La traza del

defecto forma un ángulo de $(70 \pm 3)^\circ$ con los planos basales. Las distancias interplanares disminuyen $(1 \pm 0.5)\%$ para los planos basales y aumentan $(2.5 \pm 0.5)\%$ para los planos $(1\bar{2}10)$.

En resumen, observamos que existen las dos clases de fallas: F_x y F_o . Encontramos además que las fallas presentan desplazamientos similares en los planos (0018) , $(\bar{1}28)$ y $(1\bar{2}10)$ del mismo modo que ocurre para F_A y F_B . De estas observaciones concluimos que la suposición de que F_A y F_B se corresponden con F_x y F_o es correcta.

Del resultado de los desplazamientos podemos inferir algo más. Comparando los valores 8.1 y 8.4 detectamos que $\delta_{0018}(F_o)$ es algo mayor que $\delta_{0018}(F_x)$. Por otro lado sabemos que $\alpha_{0018}(F_B)$ es mayor que $\alpha_{0018}(F_A)$. Este simple análisis favorece de nuevo al caso 2 en que $F_o = F_B$ (ec. 7.7).

8.1.1 Transformada de Fourier de las imágenes

Para estudiar en más detalle la naturaleza de la relajación atómica en las fallas NB analizamos la distribución de los átomos en estos defectos por medio de la transformada rápida de Fourier (FFT). Este método permite obtener difractogramas de zonas rectangulares de $2^m \times 2^n$ pixels [45].

En la figura 8.5 se comparan los difractogramas de una zona del defecto en la figura 8.1 con el de la zona perfecta. Por las restricciones de tamaño en la zona a transformar tomamos áreas cuadradas de 1.5 nm; es decir, de aproximadamente siete columnas. Como el espesor del defecto en la imagen es de ese orden tomamos esa medida como compromiso. Una medida mayor abarcaría zona sin defecto y una medida menor introduciría un ruido considerable.

El resultado más interesante es que el punto de difracción $\bar{1}22$ se hace menos intenso en la zona del defecto. Suponemos que debería desaparecer pero queda un contraste residual por la zona de la estructura perfecta que inevitablemente entra en la zona a transformar. Esto significa que la distribución de los átomos se altera de modo que los planos cristalográficos de la 18R (fig. 8.6(a)) se modifican como se observa en la figura 8.6(b). La modificación consiste en desplazar los planos basales en forma relativa como se indica en la figura 8.6(a). Por la cristalografía de los planos basales, la dirección de deslizamiento (según el modelo de Ahlers [41]) es la $[100]$. Desplazando los planos $\frac{1}{3}[100]$ resulta que los planos $(\bar{1}28)$ y $(1\bar{2}10)$ mantienen sus distancias interplanares y la distribución de los átomos se hace perfectamente plana. En cambio, la distribución de los átomos en los planos $(\bar{1}22)$ se hace más corrugada, de modo que aparecen dos planos intermedios. La distancia interplanar se divide por 3 y entonces el vector de la red recíproca se multiplica por 3, desapareciendo el vector $\vec{g} = \bar{1}22$ que se transforma en el $\vec{g} = \bar{3}66$.

Figura 8.4: Imagen de alta resolución de una falla F_o desde el eje de zona $[\bar{2}10]$. Se observa que en el defecto los planos (0018) y $(1\bar{2}10)$ sufren un pequeño desplazamiento. Los planos $(\bar{1}28)$ no sufren distorsión apreciable. La distancia entre planos basales es 0.21 nm.

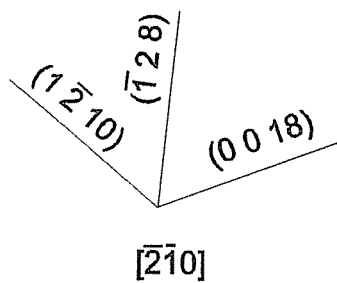
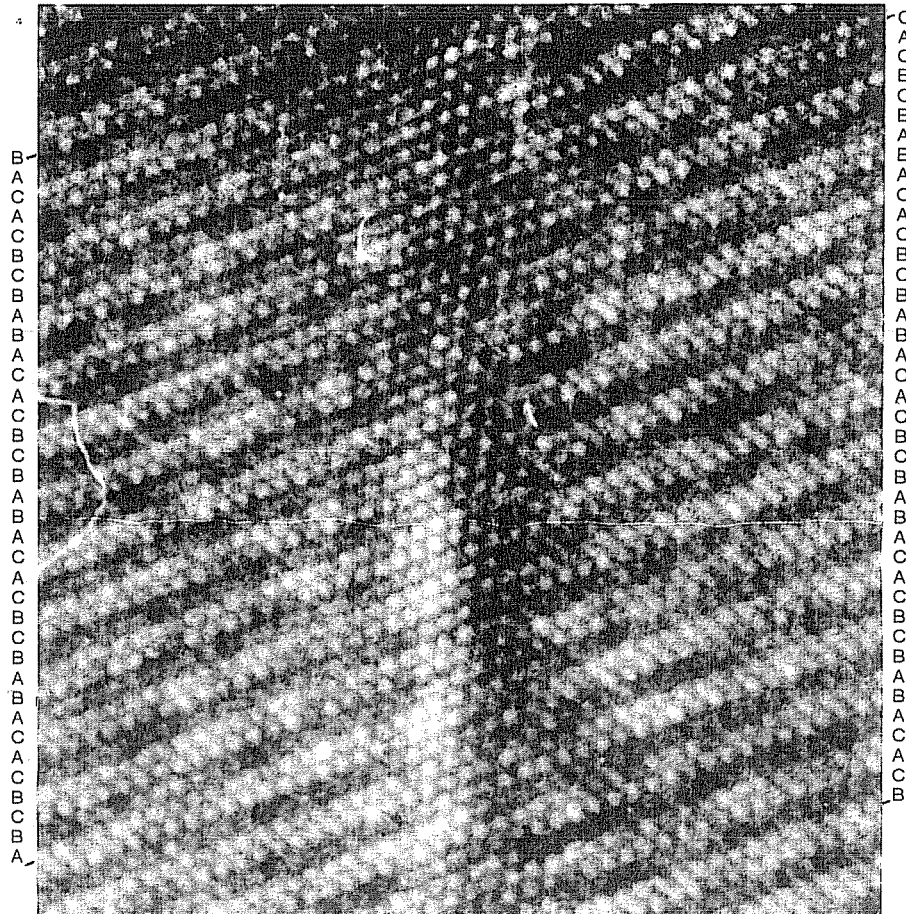
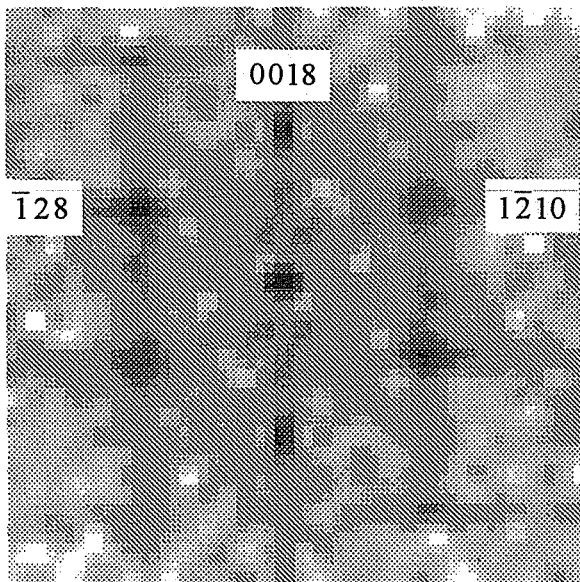
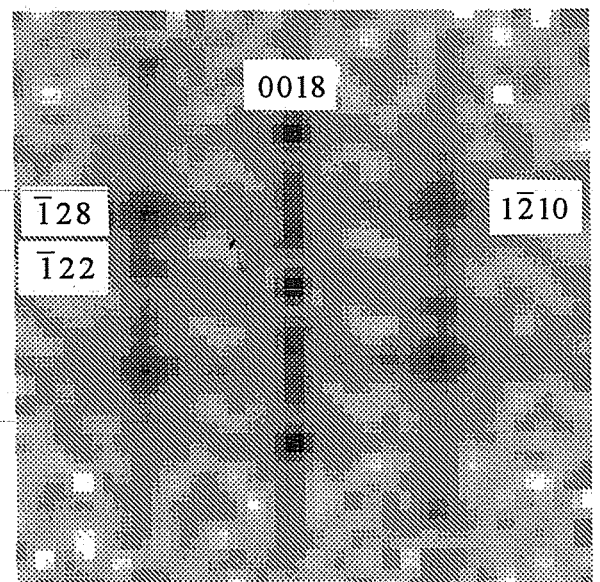


Figura 8.5: Transformada rápida de Fourier (FFT) de dos zonas (de 1.5 nm de lado) en la figura 8.1 a) En el defecto. b) En la 18R perfecta. El punto $\bar{1}22$ es más débil en el defecto.

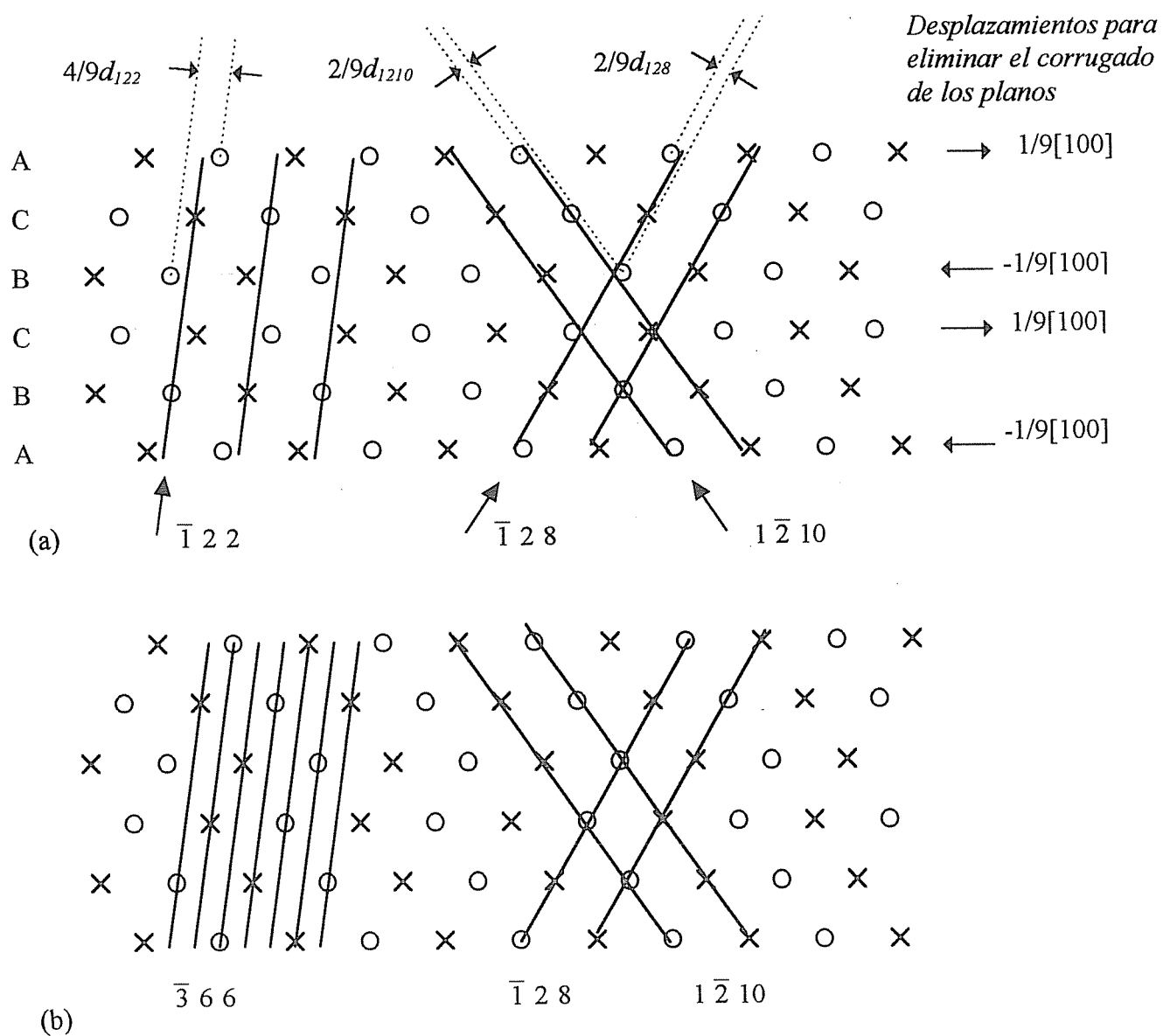


(a)



(b)

Figura 8.6: a) Desplazamientos relativos en la estructura perfecta para eliminar la reflexión $\bar{1}22$, vista desde $[2\bar{1}0]$. b) Estructura resultante en la cual desaparece el corrugado de los planos $(\bar{1}28)$ y $(1\bar{2}10)$.



8.2 Análisis de las dislocaciones parciales

La figura 8.7 muestra una imagen del origen de una falla F_o que se conecta con una falla basal hexagonal a la derecha, desde el eje de zona $[2\bar{1}0]$. Puede deducirse que se trata de una F_o por el apilamiento a los costados pero también por la configuración con la falla basal, que proviene de la derecha. Esta configuración sólo puede dar origen a una F_o (ver fig. 3.4). En la figura 8.8 se muestra el extremo de una F_x originada por una hexagonal desde la izquierda. La figura 8.9 corresponde a un caso similar.

Observando en detalle el núcleo de las dislocaciones (en el extremo de cada falla NB) obtenemos:

1. No hay plano basal extra en el origen. Es decir, no hay plano basal que termine en ninguna de las dos dislocaciones. Las imágenes se presentan como en la figura 8.10(a) y no se observan casos como el indicado en la figura 8.10(b). De esto deducimos que la dislocación cumple $0 < (0018) \cdot \vec{b} < 0.5$ para $\vec{b} = \vec{\epsilon}_o$ y $\vec{b} = \vec{\epsilon}_x$, quedando descartado $n < (0018) \cdot \vec{b} < n + 0.5 \forall n \neq 0$. Si bien este resultado lo habíamos asumido como verdadero en el capítulo anterior, quedaba pendiente su verificación.
2. Tampoco se observa un plano $(\bar{1}28)$ extra en las dislocaciones. Para $\vec{g} = 0018$ el desplazamiento de los planos al cruzar la falla NB es directamente la componente de la relajación. En cambio, para los planos $(\bar{1}28)$ resulta que sin relajación los planos están desplazados $\delta_{128}^{sr} = -0.11d_{\bar{1}28}$ en la falla F_o y $\delta_{128}^{sr} = 0.11d_{\bar{1}28}$ en F_x (planos SR en la figura 7.1). Si al permitir la relajación los planos $(\bar{1}28)$ resultan sin distorsión, significa que la relajación produce un desplazamiento que anula al preexistente. El valor de la relajación debe ser entonces $(n+0.11)d_{\bar{1}28}$ para F_o y $(n-0.11)d_{\bar{1}28}$ para F_x . Para una relajación pequeña ($n = 0$) observamos que los planos $(\bar{1}28)$ son prácticamente rectos como se indica en la figura 7.1 (planos R). Si en cambio $n \neq 0$ los planos también se verían rectos pero habría alguno extra en el extremo de la falla NB. Las dislocaciones para $n = 1$ y $n = -1$ se grafican en las figuras 8.11(a) y (b). Como ningún plano extra $(\bar{1}28)$ se observa en las dislocaciones de F_x y F_o resulta que $(\bar{1}28) \cdot \vec{b} < 0.11 \pm 0.5$ para F_o y $(\bar{1}28) \cdot \vec{b} < -0.11 \pm 0.5$ para F_x . El primer término cuyo valor es ± 0.11 produce una relajación que elimina el desplazamiento preexistente y el segundo permite una relajación adicional alrededor de ésta en un valor máximo de 0.5. En el capítulo anterior habíamos asumido este resultado, basándonos en el hecho de que si no se cumplía, la relajación era excesiva para los defectos NB.
3. Por último, también observamos que no hay plano $(1\bar{2}10)$ extra en las dislocaciones. La figura 8.12 muestra cómo es el desplazamiento de es-

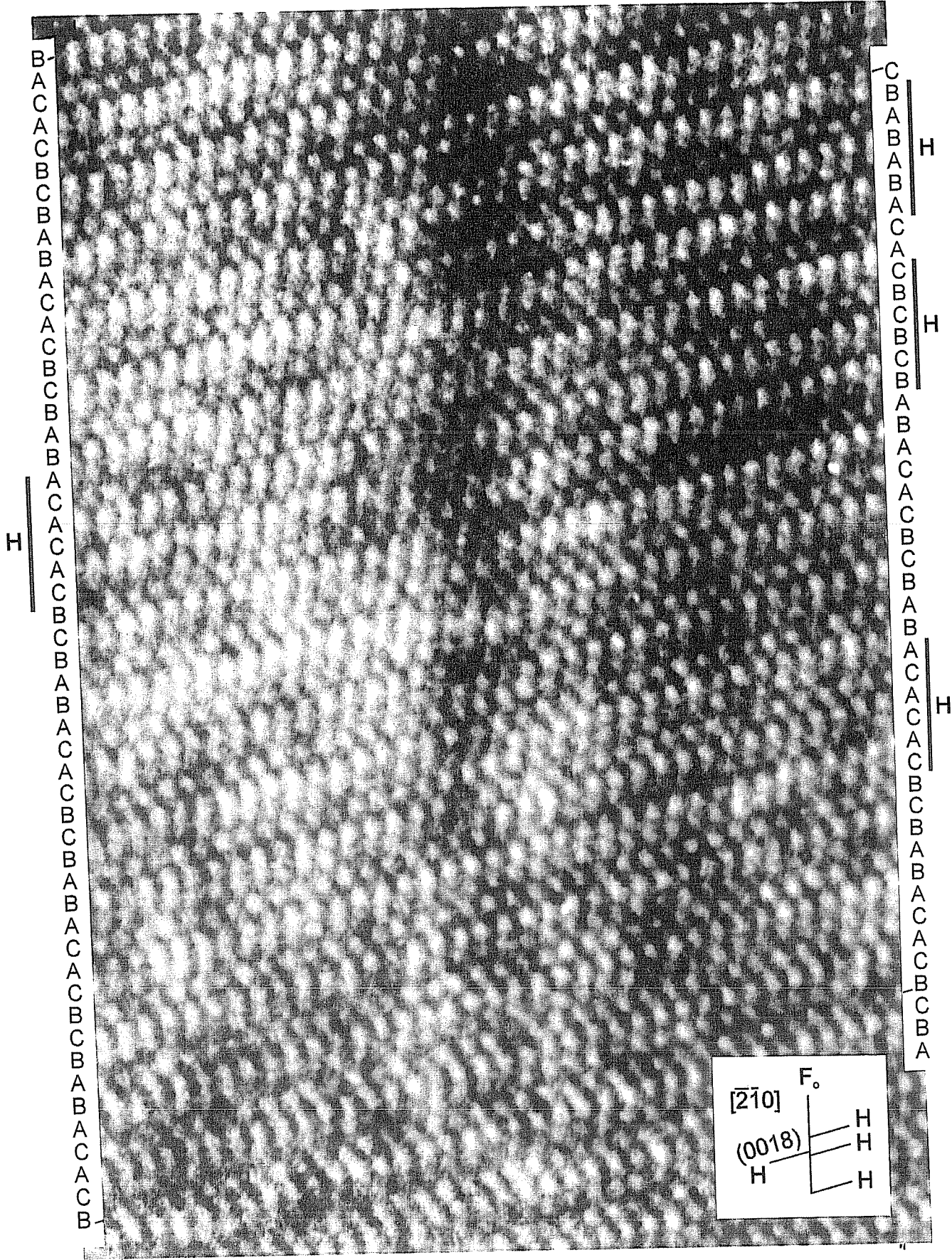


Figura 8.7: Imagen de alta resolución del origen de una falla F_0 . La letra H indica la presencia de fallas de apilamiento hexagonales como muestra el esquema.

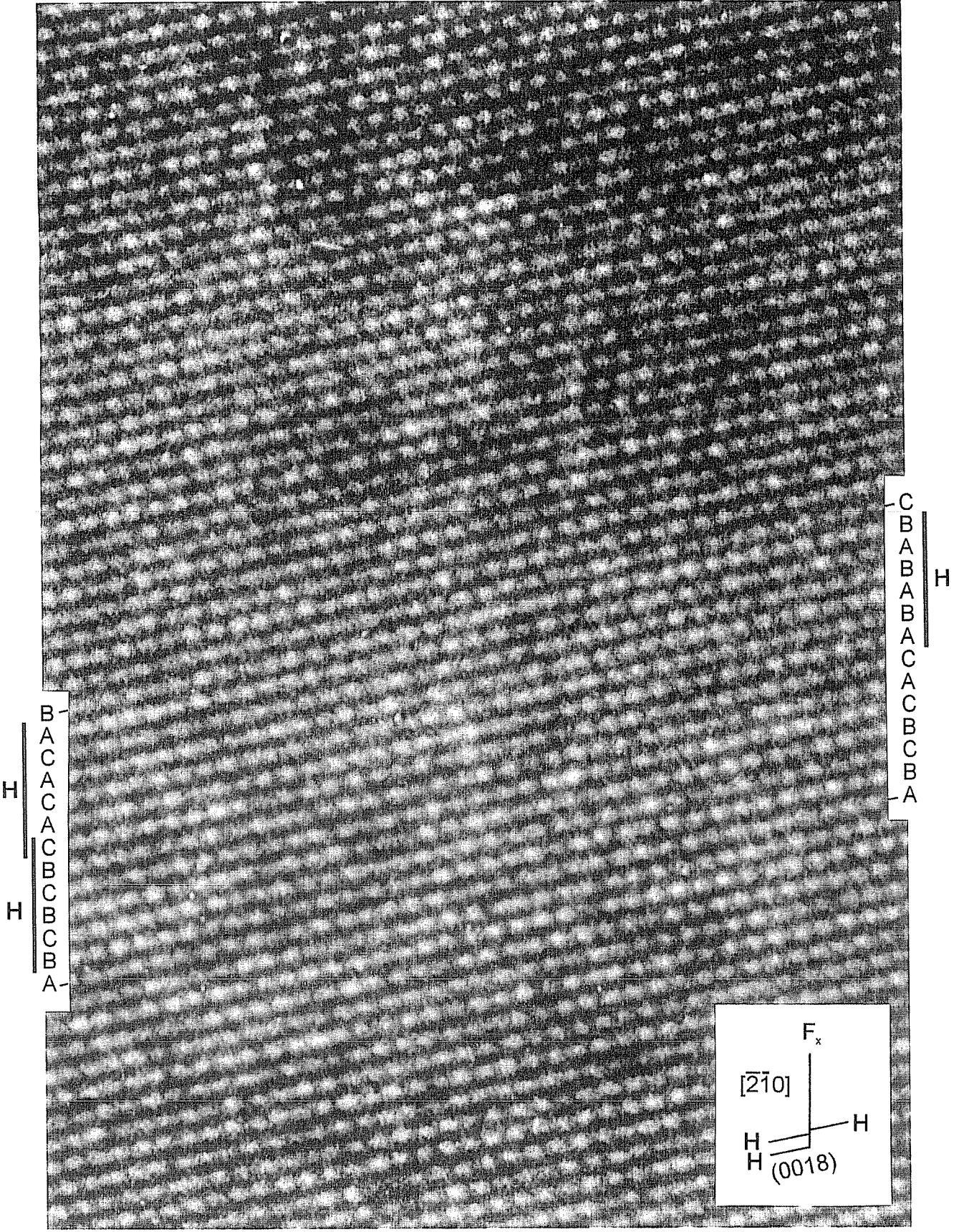
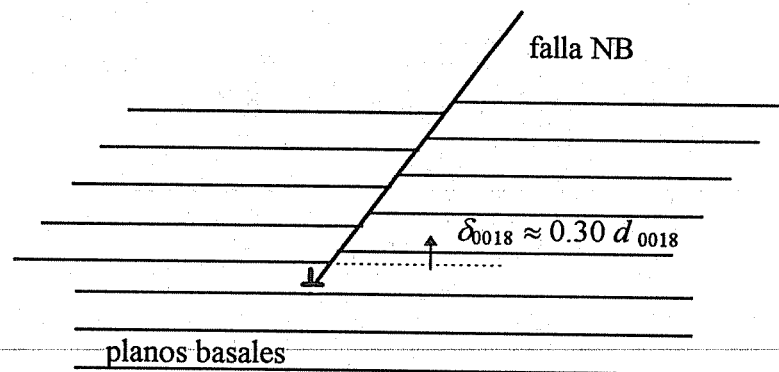
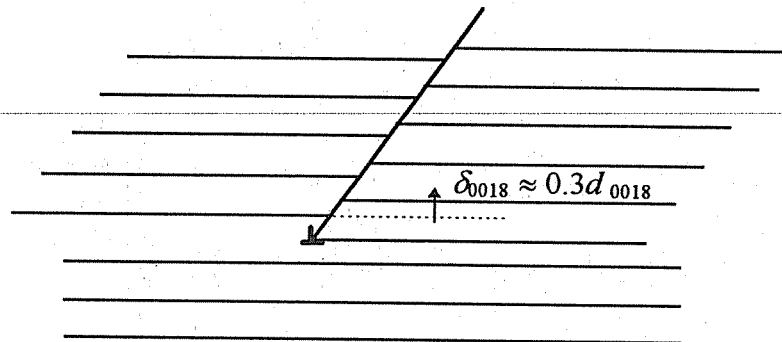


Figura 8.8: Imagen de alta resolución del origen de una falla F_x producida por una falla basal hexagonal. Adyacente a esta falla se encuentra otra que cruza a la falla NB.

Figura 8.10: Posibles dislocaciones en el extremo de una falla NB en 18R que dan origen al mismo desplazamiento de los planos basales. a) $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0.3$. b) $\vec{g} \cdot \vec{b} = -0.7$.

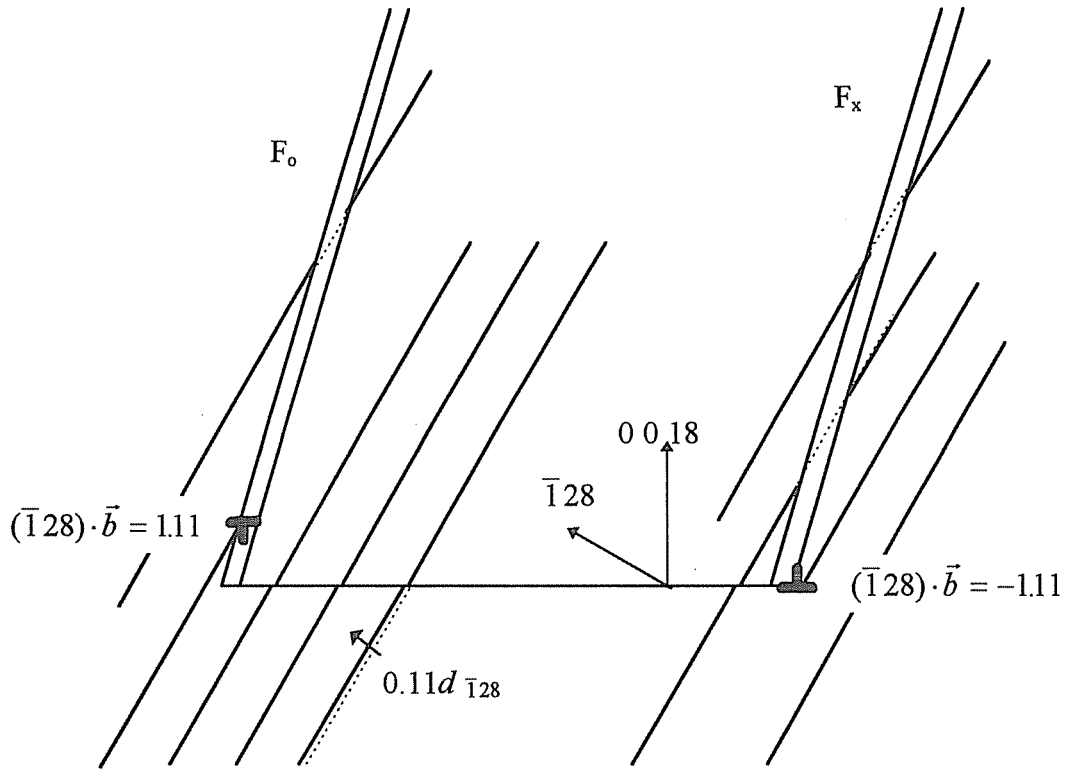


(a) $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0.30$

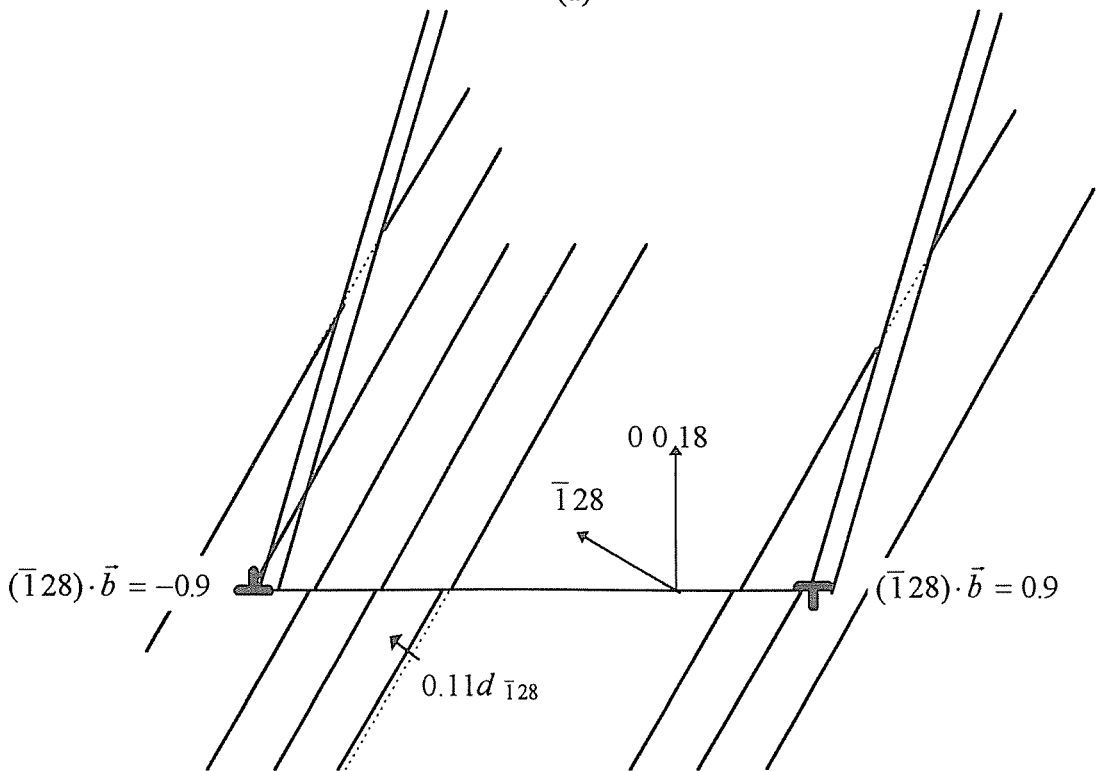


(b) $\vec{g} \cdot \vec{b} = -0.70$

Figura 8.11: Posibles dislocaciones en el extremo de una falla NB que originan el mismo desplazamiento de las planos ($\bar{1}28$). Estos casos producirían un plano ($\bar{1}28$) extra en el extremo que no se observa en las imágenes experimentales.



(a)



(b)

tos planos al cruzar las fallas considerando los dos casos: sin relajación (planos SR) y con relajación (planos R). Los planos SR están desplazados $\delta_{1\bar{2}10}^{sr} = \pm 0.11 d_{1\bar{2}10}$. Si les permitimos la relajación, los planos deben desplazarse $0.25 d_{1\bar{2}10}$ en dirección $\vec{g} = 1\bar{2}10$ en F_o y $0.47 d_{1\bar{2}10}$ en F_x . Si el desplazamiento en F_x hubiera sido $-0.53 d_{1\bar{2}10}$, el valor de la relajación sería comparable a $0.47 d_{1\bar{2}10}$ pero habría un plano $(1\bar{2}10)$ extra en el extremo de la falla, hecho que no se observa. Resulta entonces: $(1\bar{2}10) \cdot \vec{b} < 0.4$ para F_o y $(1\bar{2}10) \cdot \vec{b} < 0.6$ para F_x .

De estas imágenes entonces, pudimos establecer las cotas para las dislocaciones, que son las que habíamos asumido, pero no confirmado, en el capítulo anterior.

8.3 Análisis de las configuraciones de fallas

A partir del análisis del contraste de los defectos NB por microscopía electrónica convencional, encontramos que las fallas NB en general mantienen sus características, ya sean F_A ó F_B , a pesar de estar rodeadas de fallas de apilamiento de plano basal. Este hecho resulta extraño siendo que el modelo propuesto predice que cada falla basal debe transformar una F_A en F_B y viceversa. Sólo en algunos casos observamos que las basales interactúan con las fallas NB (e.g. fig. 6.12 donde la falla NB cambia de F_A a F_B). Por otro lado hemos observado que las fallas NB pueden poseer diferentes dislocaciones en sus extremos, hecho que hemos justificado considerando que se originan en fallas basales diferentes (comparar figs. 6.1(a) y (h)). Por medio de HRTEM analizaremos en detalle estas configuraciones.

La figura 8.13 muestra una imagen de los defectos tomada a 2° de la dirección $[2\bar{1}0]$ manteniendo los planos basales de canto (es decir, girando alrededor de $\vec{g} = 0018$). Si bien esta imagen no es de alta resolución, se observa la distribución de fallas basales en el material. Lo interesante y novedoso en esta imagen es que las distribuciones a cada lado del defecto NB están altamente correlacionadas. Si lo que resulta es que las fallas basales cruzan al defecto NB, entonces se explica por qué no interactúan.

En la figura 8.13 los extremos de las fallas NB se conectan por medio de fallas basales en forma de "escalera". En la figura 8.14 se muestra otra imagen de los defectos NB distribuidos también en forma de "escalera". Observando este arreglo de fallas notamos una interesante configuración: las fallas basales en vez de unir las fallas NB como en la figura 8.13 ¡van hacia lados opuestos! En el último capítulo haremos un comentario acerca de esta configuración.

Figura 8.12: Efecto de la relajación atómica en las fallas NB sobre los planos ($1\bar{2}10$) desde $[2\bar{1}0]$. Se observa que como el desplazamiento final es el mismo para ambos (planos R) la relajación es diferente para F_o y F_x a partir de los planos sin relajar (SR).

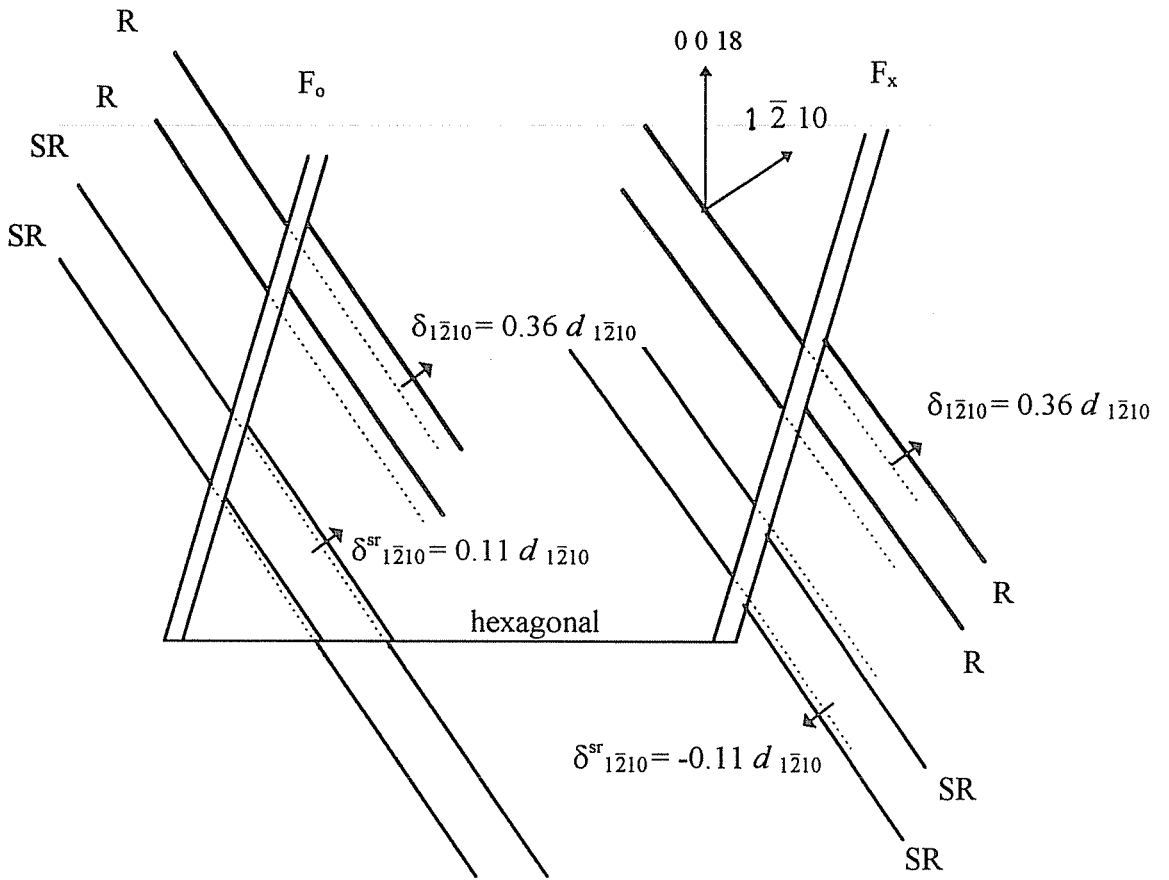


Figura 8.13: Fallas NB cruzadas por fallas de apilamiento de plano basal. Las diferentes fallas NB en 18R están conectadas por fallas de basal. Vista desde $[210]$.



Figura 8.14: Fallas NB cruzadas por fallas de apilamiento de plano basal. Las diferentes fallas NB no están conectadas.

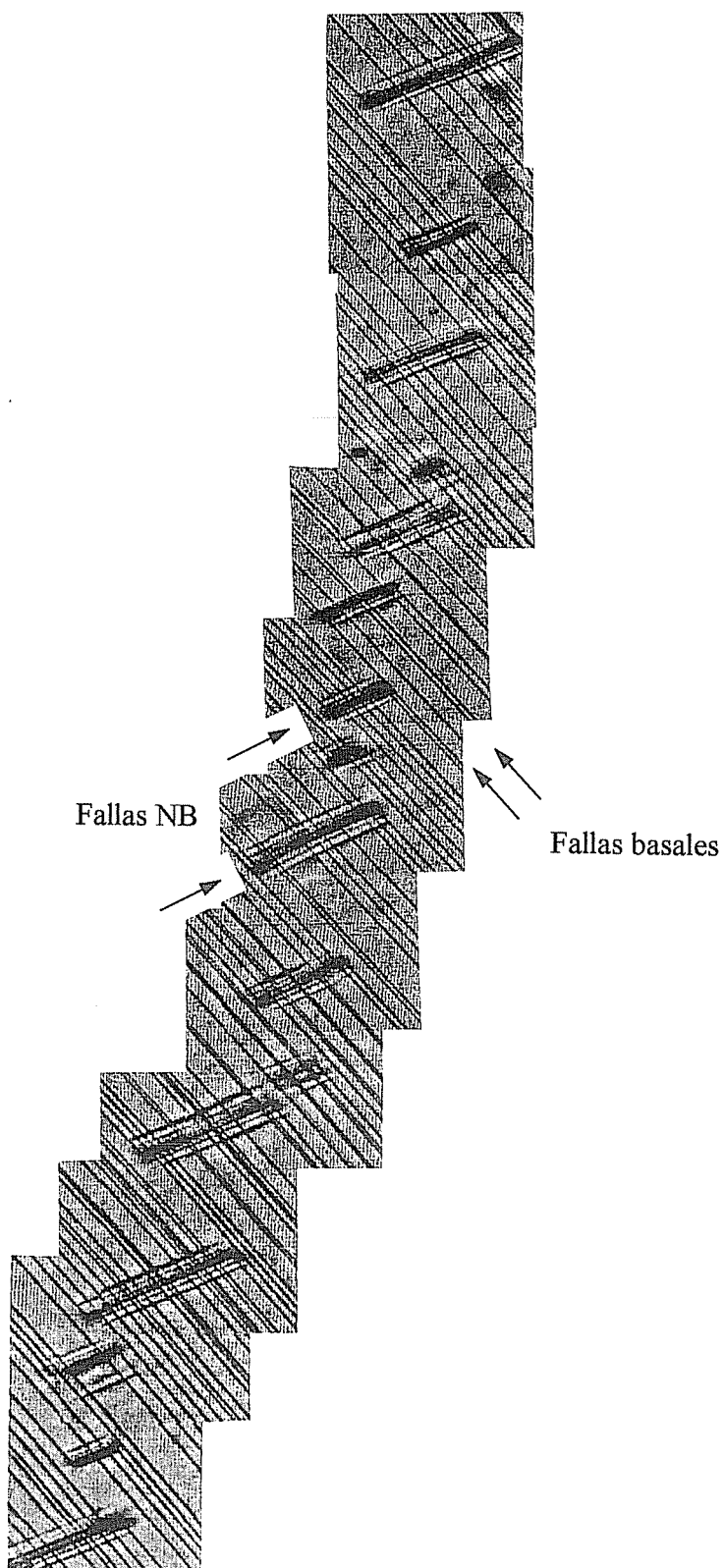
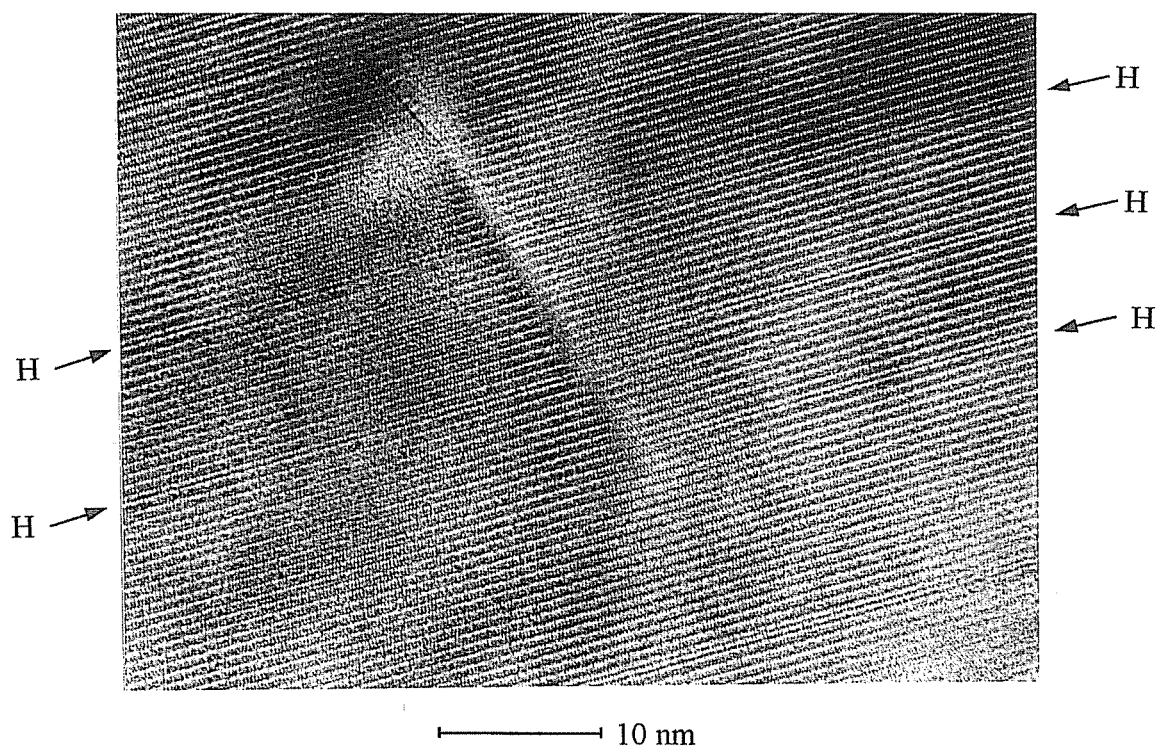


Figura 8.15: Imagen de alta resolución de una falla NB en 18R desde $[210]$ donde se observa que las fallas basales hexagonales (H) que cruzan el defecto forman escalones, es decir que no continúan exactamente en el mismo plano.



Por medio de HRTEM pudimos observar cómo las fallas basales cruzan los defectos NB. La figura 8.15 es una imagen obtenida por este método desde $[210]$, donde se observa una configuración de fallas como en la figura 8.13 pero resolviendo la estructura. Si bien no se resuelven los átomos, se observa un hecho que es frecuente en 18R: algunos planos basales aparecen más brillantes cada tres planos. Esta modulación se altera en presencia de fallas basales. En fallas hexagonales los picos máximos aparecen cada dos planos y en cúbicas cada cuatro planos [44]. En este caso se trata de fallas basales hexagonales, excepto la del extremo superior de la falla NB. Se observa que las fallas basales en dos casos continúan próximas, y en otro caso una termina en el defecto. Es interesante destacar que las fallas basales que cruzan el defecto NB forman escalones. Esta falla NB es F_x (por su origen inferior) excepto el tramo superior que es F_o (si bien se observa que F_o yace en otro plano y es más delgada, se presume que se debe a efectos de relajación en lámina delgada).

Un análisis cristalográfico muestra que las fallas hexagonales pueden estar

próximas pero no en el mismo plano. En la figura 8.16 se analizan las posibilidades de cruce entre fallas para una F_0 (fig. 8.16(a)) y una F_x (fig. 8.16(b)). Si una F_0 es cruzada por el mínimo escalón descendente (fig. 8.16(a), caso B), localmente dos filas de huecos se encuentran separadas sólo por un plano basal en vez de dos. Según el modelo de la figura 6.1(f) el escalón debería producir una falla F_x pero por el tamaño tan pequeño no es posible. La distribución de superposiciones en una F_x es de una cada tres planos basales; por lo tanto, para existir y relajar la falla debe ser lo suficientemente larga como para cruzar al menos tres o seis planos basales. En el caso C de la misma figura ya se vislumbra una F_{00} que si relaja debe producir un dipolo de dislocaciones parciales. Un análisis equivalente puede efectuarse en el caso de una F_x como se muestra en la figura 8.16(b) en los casos A y C. Es decir que un escalón altera a la falla NB en el medio. Si el escalón es mínimo, puede considerarse que la falla basal cruza sin interactuar con la falla NB.

Si analizamos ahora los escalones inversos, resulta que se igualan las secuencias a cada lado del escalón. Esto es lo que ocurre con un escalón ascendente en F_0 (fig. 8.16(a), caso A) y uno descendente en F_x (fig. 8.16(b), caso B).

En las figuras 8.8 y 8.9 las fallas F_x presentan un escalón de tamaño mínimo que corresponde al caso A de la figura 8.16(b). En la figura 8.17, que corresponde a una imagen de una F_x , puede observarse un escalón de siete planos que produce un pequeño tramo de F_0 ; este es el caso C de la figura 8.16(b).

La figura 8.18 muestra una falla F_x con tres escalones; los escalones de los extremos corresponden al caso A de la figura 8.16(b), y el escalón central iguala las secuencias, como en el caso B de la figura 8.16(b), pero en un tramo de cinco planos basales. De esta imagen surgen dos comentarios interesantes: primero, los escalones no son iguales y sobre esto volveremos más adelante; segundo, el escalón de cinco planos iguala las secuencias. Entonces, ¿por qué se continúa el defecto NB? Este no es el único caso, otro escalón con estas características se observa en la imagen de la figura 8.15 en donde se igualan las secuencias en ocho planos.

En la figura 8.19 se observa una imagen de un defecto NB desde $[2\bar{1}0]$ en la cual se resuelven las columnas atómicas y puede observarse la modulación de intensidad con máximos cada tres planos basales en la estructura perfecta. En esta imagen se observa una falla F_x con un escalón de una falla basal hexagonal (fig. 8.16(b), caso A). Podría suponerse que el defecto NB surgió luego de la transformación produciendo el escalón. Si esto hubiera sido así no aparecerían escalones diferentes como se mencionó anteriormente en referencia a la figura 8.18 y en el origen de las fallas debería observarse un plano basal extra. Esto no ocurre.

En las fallas F_0 también observamos escalones de diversos tipos. En la figura

Figura 8.16: Configuraciones cristalográficas posibles para una falla basal que cruza a una NB. a) Cruces con una F_o . b) Cruces con una F_x .

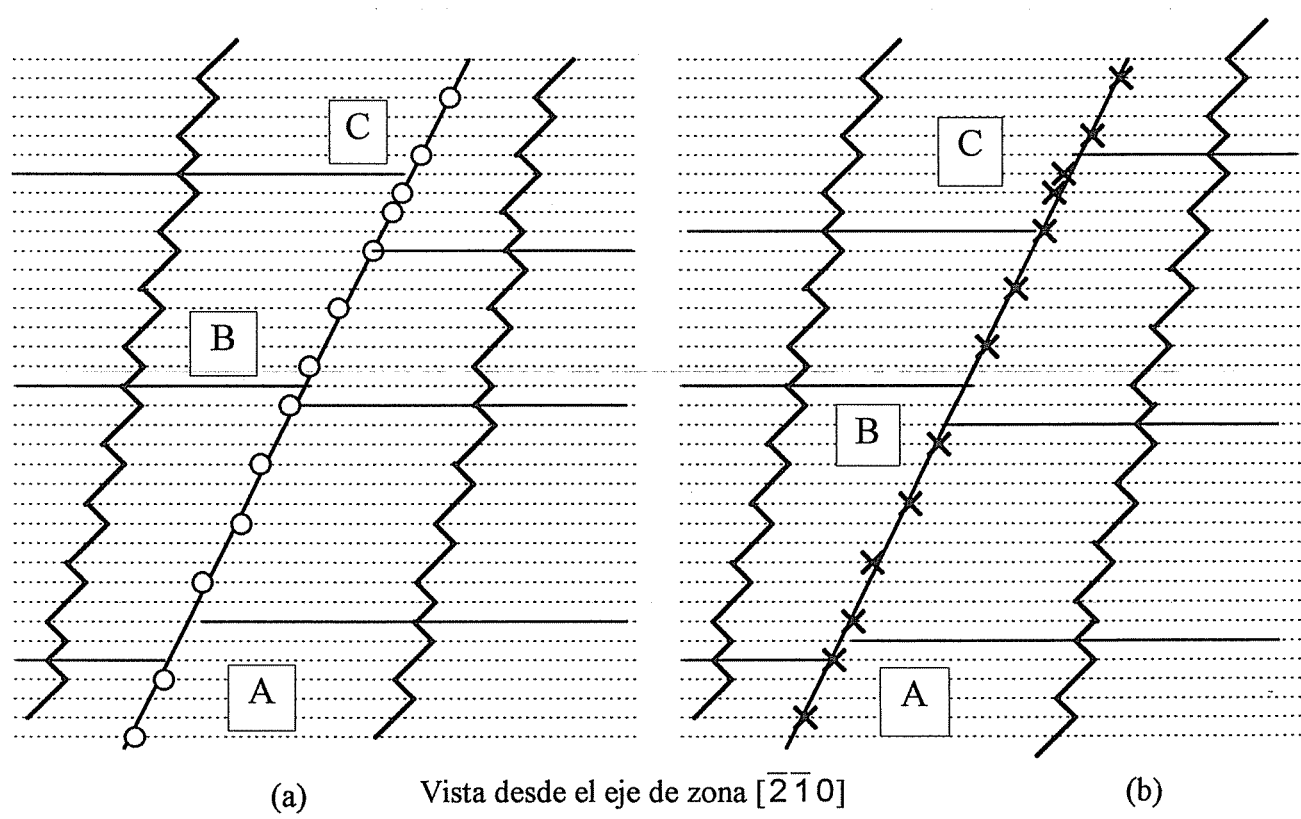
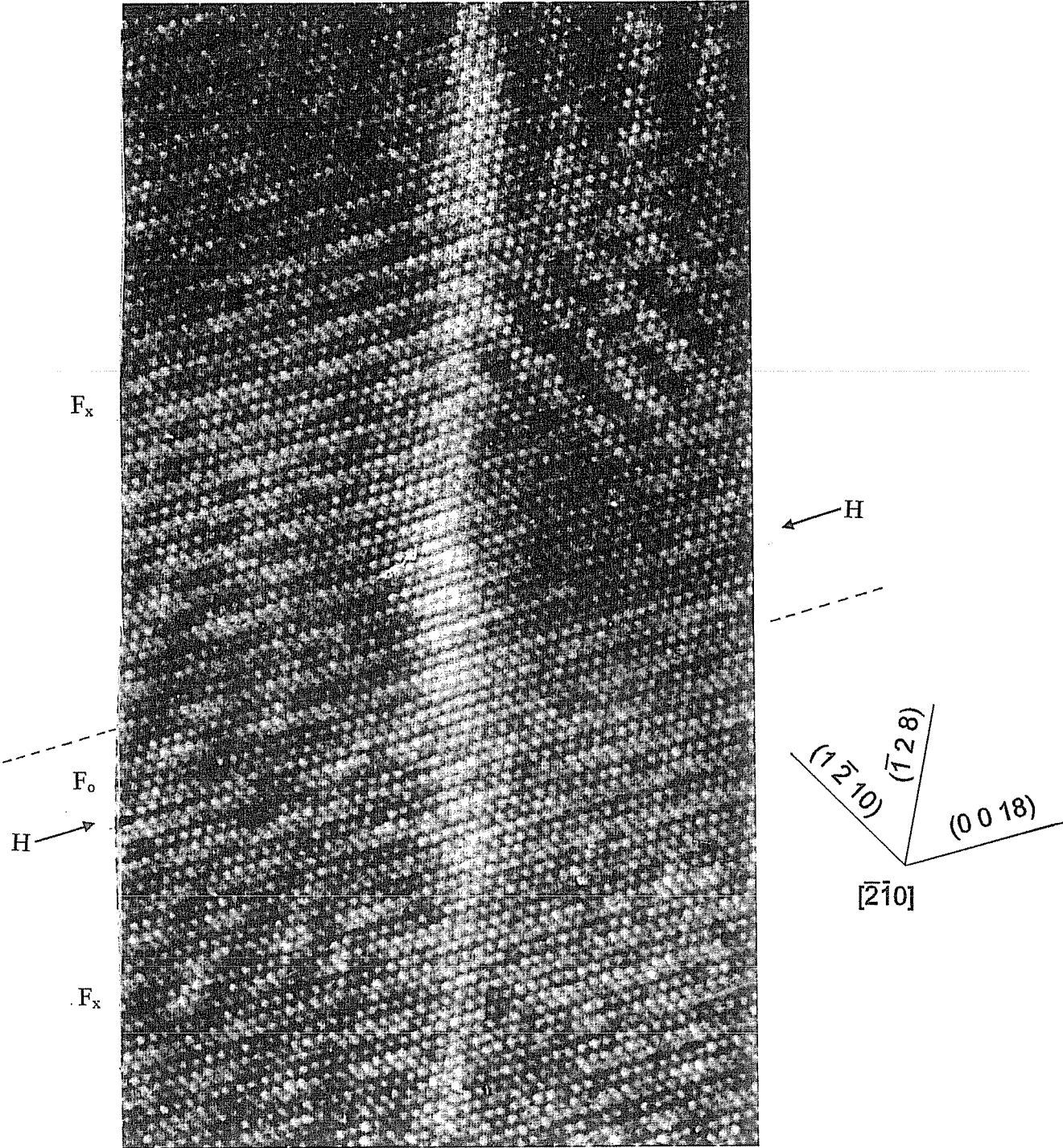


Figura 8.17: Imagen de alta resolución de una falla F_x .



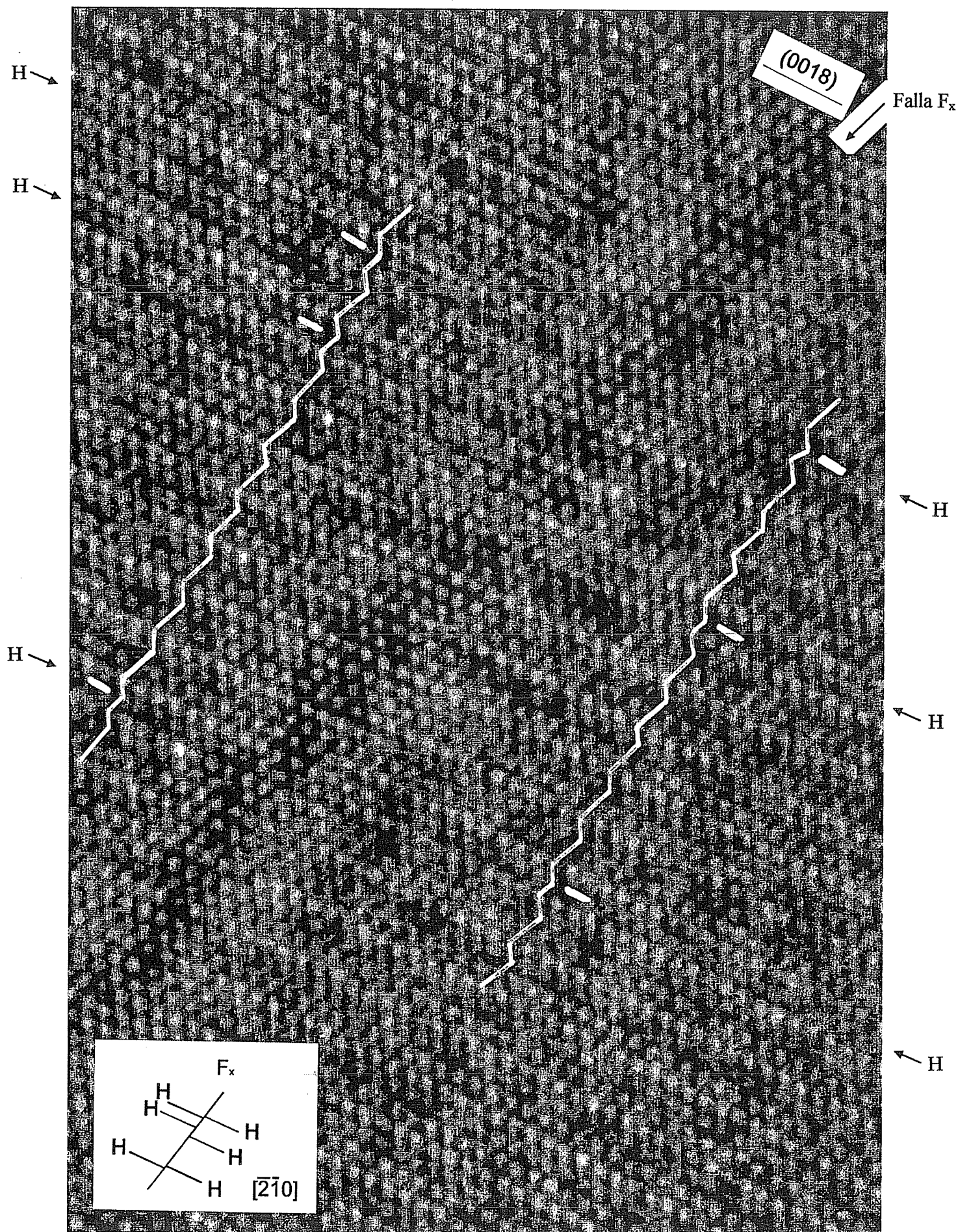


Figura 8.18: Imagen de alta resolución de una falla F_x en 18R.

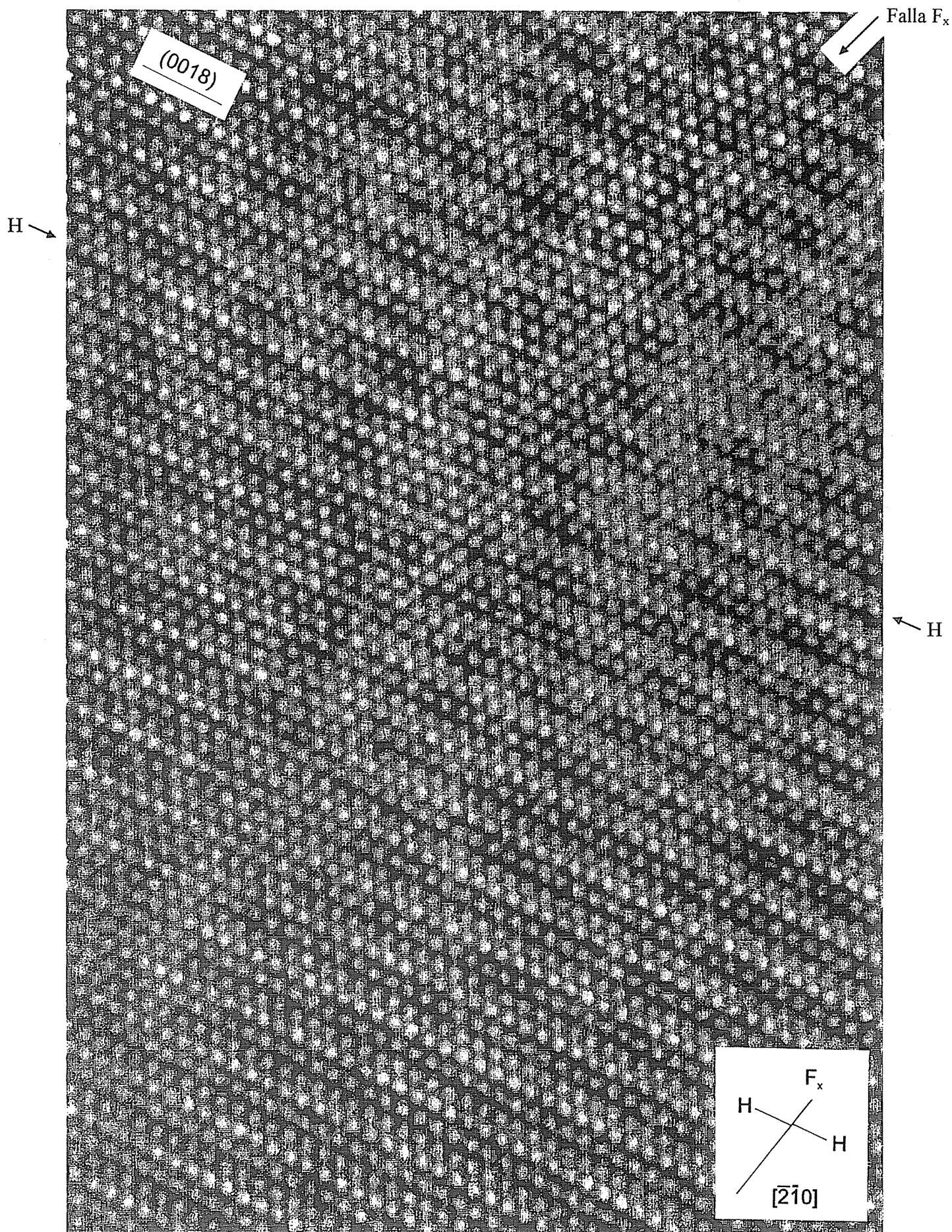


Figura 8.19: Imagen de alta resolución de una falla F_x en 18R.

8.20 puede observarse un escalón de ocho planos que iguala las secuencias. Este caso corresponde al caso A de la figura 8.16(a). En la parte inferior de la falla F_o de la figura 8.20 se observa un cambio a F_x . Este caso está justo al borde de la imagen, pero en principio podría corresponder a un escalón como el de la figura 8.16(a) caso C. Por último, en la imagen 8.7 también se observa un escalón, aunque de tamaño mínimo, como en el caso B de la figura 8.16(a).

Hasta aquí hemos analizado los cruces de fallas basales con fallas NB. Ahora veremos los orígenes de las fallas NB. En los casos presentados, las fallas NB eran originadas por fallas de apilamiento hexagonales de plano basal: en las figuras 8.8, 8.9 y 8.15 se mostró el origen de una F_x y en la figura 8.7 el origen de una F_o . La figura 8.21 muestra el origen de una F_x producido por dos hexagonales de las cuales continúa una sola, la otra da origen al defecto NB. Otro origen de una F_x se observa en la figura 8.22 en la cual de cuatro fallas hexagonales, dos continúan, una da origen a la falla NB y la otra forma un escalón de un plano. Estos dos casos deberían producir la misma dislocación que una falla hexagonal simple.

La figura 8.23 muestra el origen de una F_o por tres fallas hexagonales de las cuales dos forman el defecto NB y la tercera forma un escalón como el que se observa ocho planos más arriba. Este caso corresponde a una F_o originada por una doble hexagonal. Comparando esta imagen con la de la figura 8.7 podemos concluir que efectivamente una falla NB puede tener diferentes orígenes, de modo que presenta diferentes dislocaciones en sus extremos.

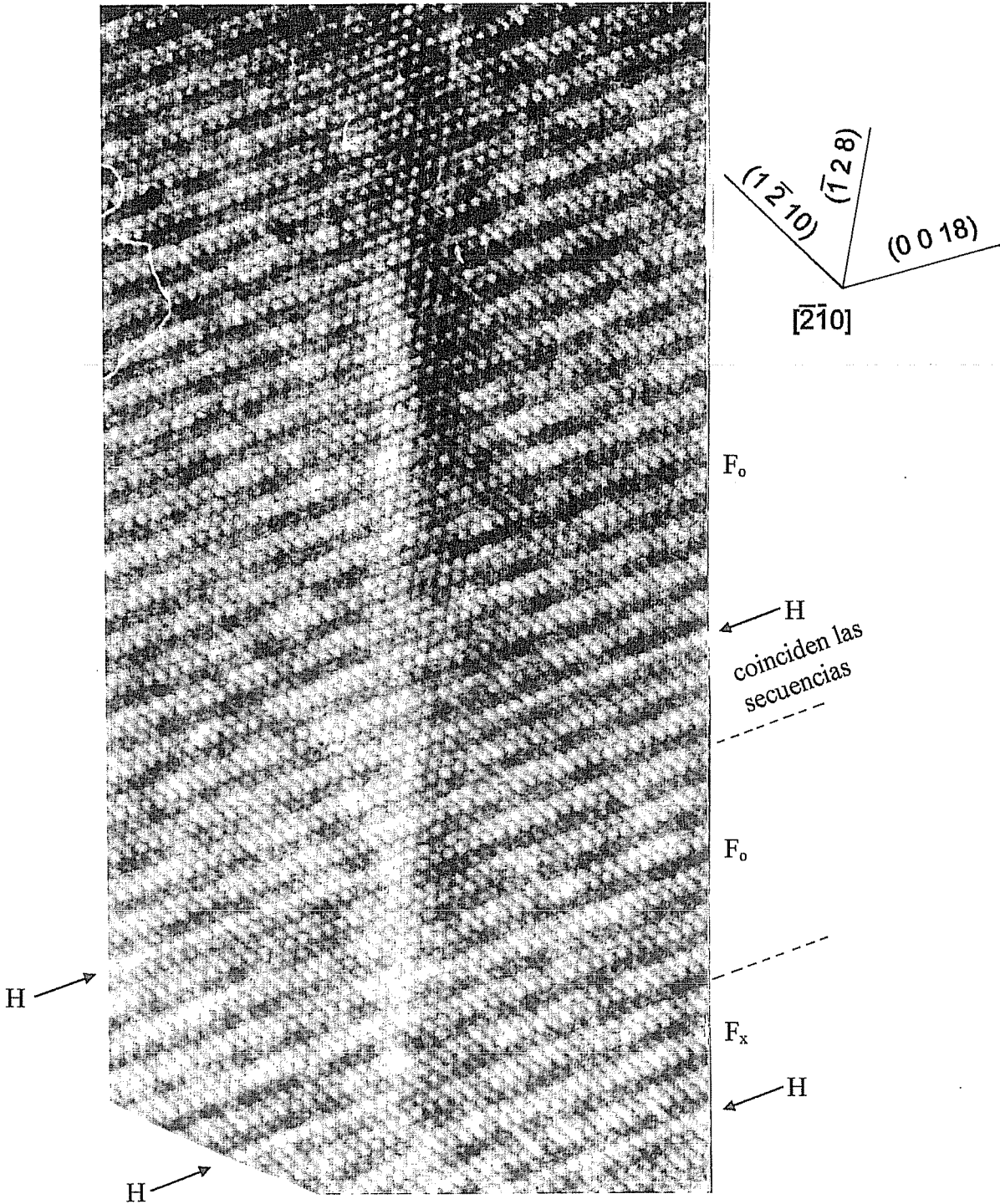
Como resumen, se observa que las fallas NB pueden ser originadas por diferentes configuraciones de fallas de apilamiento de plano basal, tanto por hexagonales simples como dobles.

Los apilamientos a cada lado de una falla NB no se generan independientemente porque la distribución de fallas de apilamiento a cada lado está muy correlacionada. Este hecho produce que los defectos sean en general de un tipo, con pequeños segmentos anómalos que habría que estudiar si relajan al otro tipo.

Las fallas NB se producen durante (y no luego de) la transformación martensítica debido a que las fallas de apilamiento de plano basal que las cruzan forman escalones diferentes y debido además a que en el origen no se observa una dislocación con vector de Burgers $b = \pm \frac{1}{18}[001]$.

Se observa que las fallas basales forman pequeños escalones de alrededor de 5-8 planos al cruzar a las fallas NB, en los cuales se igualan los apilamientos. Sin embargo, el defecto NB no desaparece en ese tramo.

Figura 8.20: Imagen de alta resolución de una falla F_o en 18R.



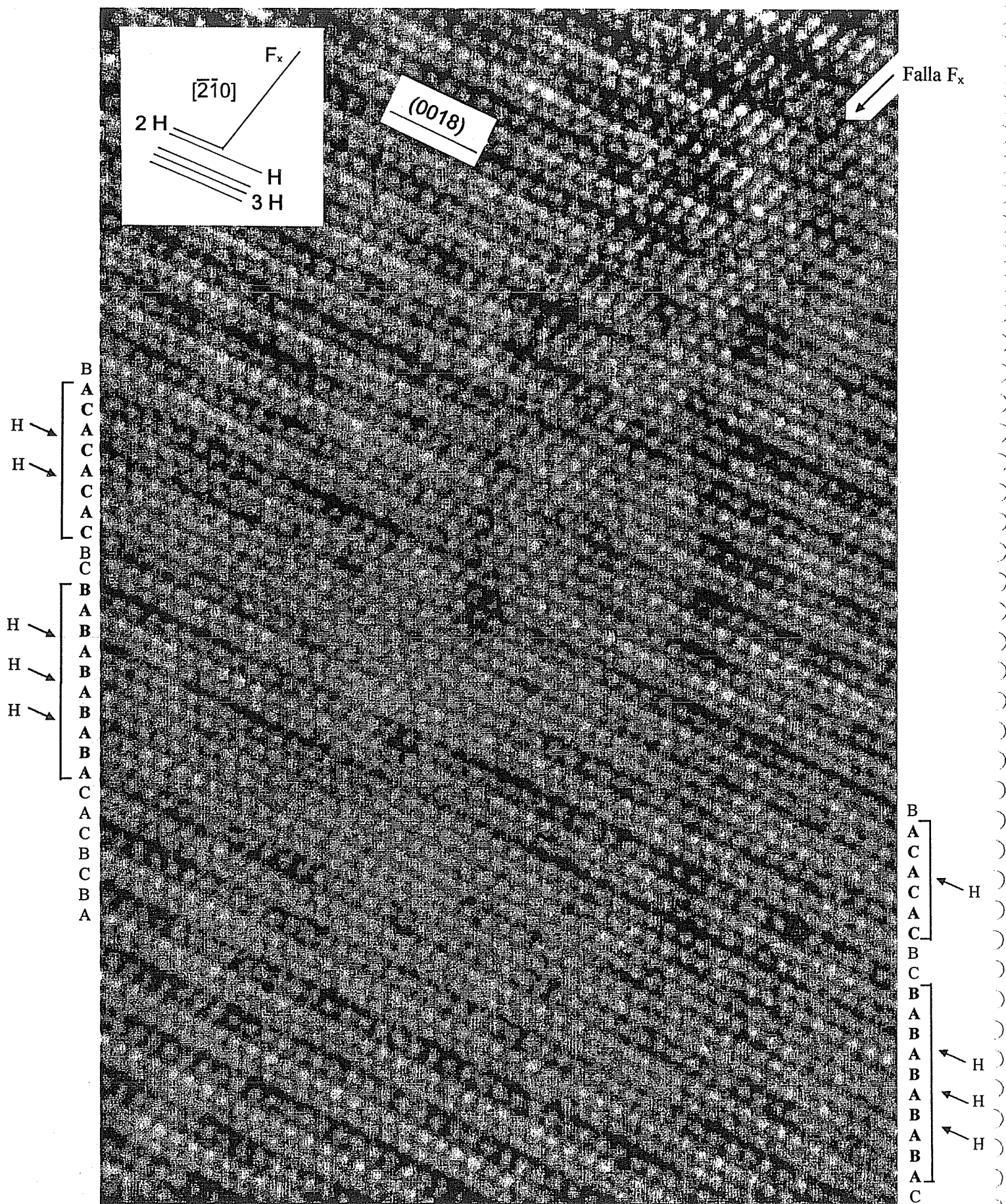


Figura 8.21: Imagen de alta resolución del origen de una falla F_x en 18R.

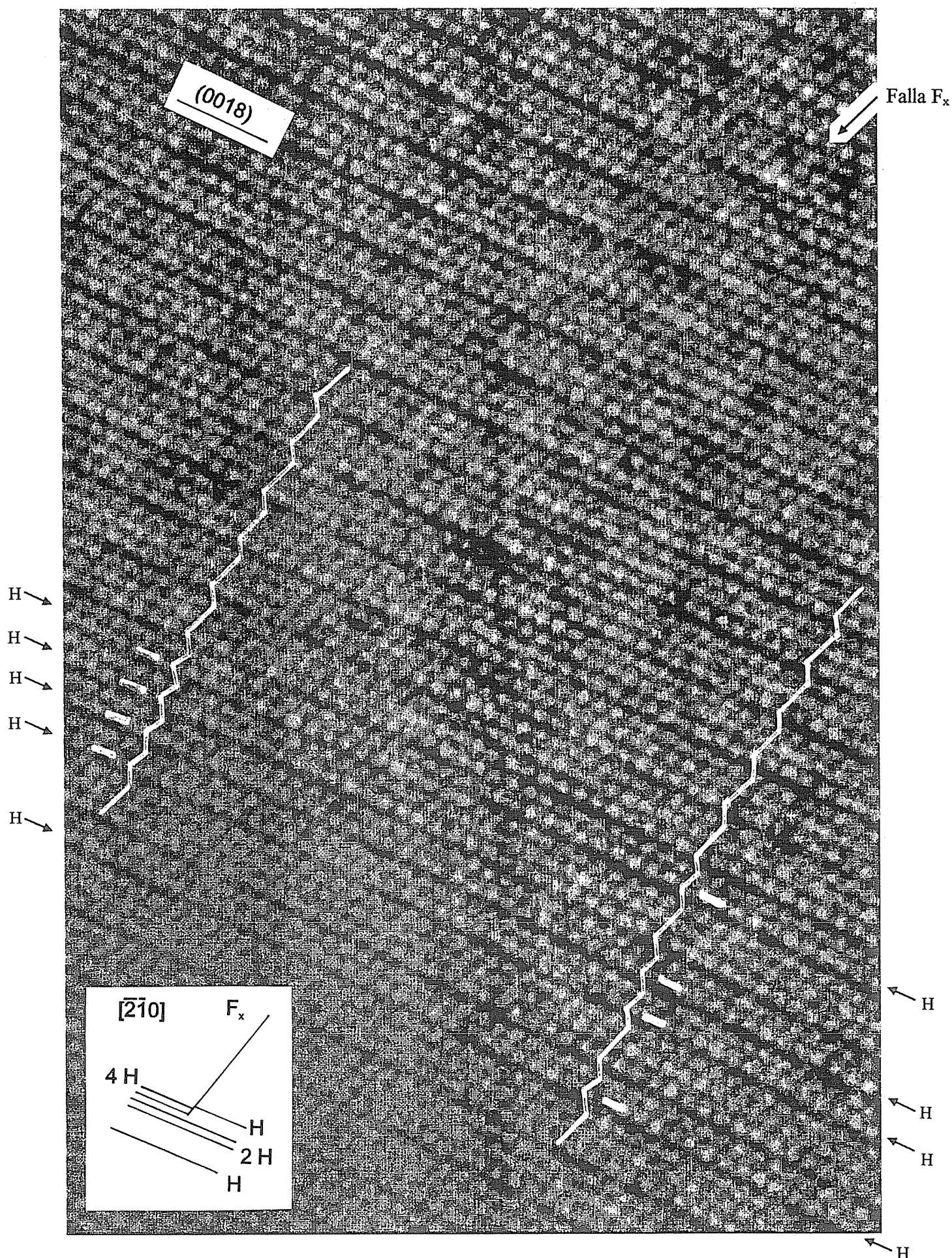


Figura 8.22: Imagen de alta resolución del origen de una falla F_x en 18R.

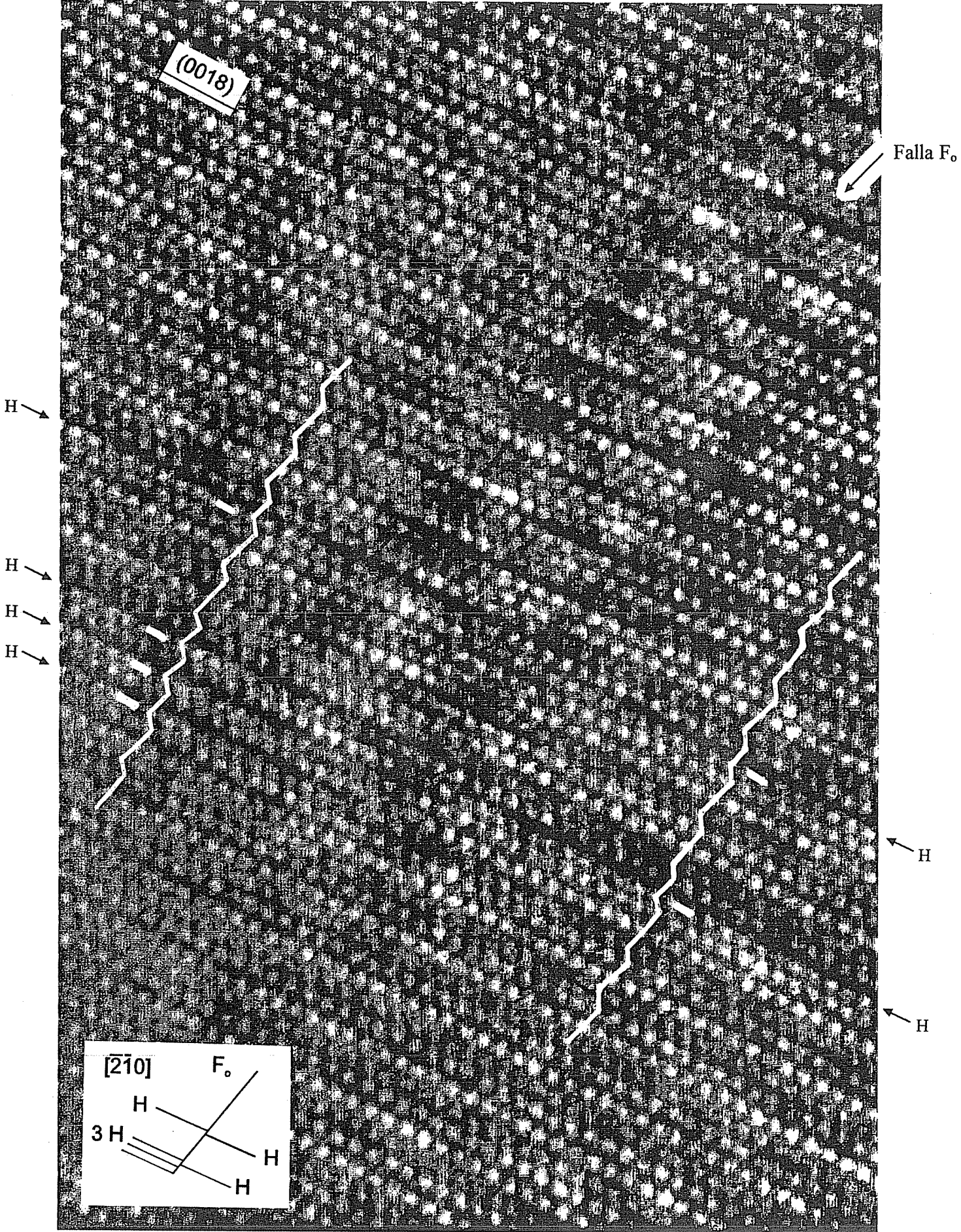


Figura 8.23: Imagen de alta resolución del origen de una falla F_0 en 18R.

Capítulo 9

Discusión de los resultados

9.1 Resumen de los resultados

Hemos encontrado que las fallas NB en las fases 2H y 18R poseen un vector desplazamiento adicional al que heredan de las fallas de apilamiento de plano basal con las cuales se conectan. A este vector adicional lo hemos denominado relajación atómica. El hecho de que las fallas NB relajen implica que aparecen dislocaciones en sus extremos que absorben la diferencia con el vector desplazamiento de las fallas basales.

De acuerdo al análisis cristalográfico esperábamos dos clases de fallas NB en la fase 2H que hemos llamado fallas F_1 y F_2 , y cuatro clases de fallas en la fase 18R que hemos llamado F_o , F_x , F_{oo} y F_{xx} . Hemos encontrado ciertas relaciones entre los vectores desplazamiento de las diferentes clases de fallas en una misma fase. En la fase 2H encontramos que las dos clases de fallas, F_1 y F_2 , siempre presentan el mismo contraste, es decir que poseen el mismo vector desplazamiento. Esto lo pudimos interpretar dándonos cuenta que en realidad las partes a los costados de cada falla eran idénticas en las dos clases de fallas y por ende debían adherirse de la misma manera, resultando que las dos fallas eran la misma. Si bien los vectores desplazamiento son los mismos, las dislocaciones en sus extremos son diferentes. Encontramos que en el extremo puede aparecer una dislocación cuyo vector de Burgers sea $\vec{\epsilon}_1$ ó $\vec{\epsilon}_1 + \vec{b}_{1/3}$ donde $\vec{b}_{1/3} \sim \frac{1}{3}[100]$. Incluso una misma falla puede tener diferentes dislocaciones en sus extremos. Hemos considerado que la diferencia entre los dos vectores de Burgers es $\vec{b}_{1/3}$ por la cristalografía de la transformación martensítica.

A partir de este resultado en la fase 2H, esperábamos que pasara algo similar en las fallas NB en 18R. De ese modo, las fallas F_o y F_{xx} por un lado, y las fallas F_x y F_{oo} por otro, debían ser las mismas y por lo tanto poseer los mismos vectores desplazamiento. Esto implica que una misma falla puede tener diferentes dislocaciones en sus extremos como en la estructura 2H. F_o podría poseer una

dislocación con vector de Burgers $\vec{\epsilon}_o$ ó $\vec{\epsilon}_o + \vec{b}_{1/3}$ y F_x podría poseer una dislocación con vector de Burgers $\vec{\epsilon}_x$ ó $\vec{\epsilon}_x - \vec{b}_{1/3}$ y nos olvidaríamos de las fallas F_{xx} y F_{oo} . Estas conjeturas fueron verificadas por medio de dos observaciones. Una observación muestra que efectivamente existen dos clases de fallas NB debido a que presentan contrastes diferentes bajo las mismas condiciones de difracción, estas fallas corresponden a F_o y F_x . La otra observación muestra que una misma falla puede poseer diferentes dislocaciones en sus extremos, hecho que hace que F_o y F_{xx} sean iguales y F_x y F_{oo} también.

Por medio del análisis del contraste de las fallas NB hemos establecido el vector desplazamiento de las mismas que quedó indeterminado por un vector de orden de la estructura. A partir de estos resultados, hemos restado la componente heredada de las fallas basales obteniendo los valores de $\vec{\epsilon}_1$, $\vec{\epsilon}_o$ y $\vec{\epsilon}_x$. Así, los valores de la relajación quedan indeterminados por un vector de orden. En la fase 18R nos encontramos con el problema de que no es fácil detectar la falla de apilamiento de plano basal que da origen a la falla NB y por ello no se sabe si la falla NB que se observa corresponde a una F_o ó a una F_x . A las fallas observadas las hemos llamado F_A y F_B . Pero esta indeterminación pudimos clarificarla por medio de otros estudios más detallados encontrando que $F_A = F_x$ y $F_B = F_o$. Las relajaciones asociadas a las fallas resultaron:

$$\begin{aligned}\vec{\epsilon}_1 &\sim 0.16[001]_{2H} + \vec{r}, \\ \vec{\epsilon}_o^B &\sim 0.15[100] + 0.018[001]_{18R} + \vec{r}, \\ \vec{\epsilon}_x^A &\sim -0.18[100] - 0.24[010] + 0.014[001]_{18R} + \vec{r},\end{aligned}$$

donde \vec{r} es un vector de orden de la estructura que el análisis de las fallas no puede determinar. El valor de $\vec{\epsilon}_1$ está dado en 5.4. Hemos expresado a los valores de $\vec{\epsilon}_o$ y $\vec{\epsilon}_x$ a partir de los resultados en la Sección 7.5.1, en una forma distinta pero equivalente, de modo que la componente extra al vector de orden sea la de menor módulo. Para comparar las componentes en $[001]$ en las dos fases debemos multiplicar a la componente en $[001]_{18R}$ por un factor 9 y compararla directamente con la componente en $[001]_{2H}$. Estas últimas componentes son del mismo orden en las tres relajaciones.

Si suponemos que \vec{r} es nulo en los tres casos y comparamos los resultados, notamos que $|\vec{\epsilon}_x^A| > |\vec{\epsilon}_o^B|$. Esto parece razonable ya que en F_x los átomos están superpuestos y por lo tanto, según el modelo de esferas rígidas, la relajación debe separarlos. En cambio, en la F_o uno esperaría una relajación menor, que simplemente acomode las partes. Sin embargo, la relajación de la falla F_o en la fase 18R es mayor que la relajación en la falla F_1 en la fase 2H, siendo que en F_o hay menos densidad de huecos a lo largo de la falla.

En principio suponíamos que \vec{r} en los tres casos debía ser nulo pensando que

las fallas no tenían una franja de espesor asociada. Pensándolo de aquella manera, el hecho de agregar un vector de orden produciría un vector relajación mayor y sólo cambiaría el orden de los elementos en la falla. El orden de los elementos no puede generar una distorsión elástica tan grande. Pero como adelantamos, el cuadro cambia si asumimos que en realidad la relajación total está compuesta de pequeñas relajaciones en planos contiguos dentro de un cierto espesor.

Para determinar el vector \vec{r} en cada caso fue necesario analizar las dislocaciones en los extremos de las fallas. Estas dislocaciones las vimos por primera vez en la fase 18R debido a que al poseer un monocristal podíamos elegir las orientaciones más favorables y anular el contraste tanto de las fallas NB como de las fallas basales. En ese caso sólo quedaba el contraste de la dislocación. Para nuestra sorpresa encontramos que el vector \vec{r} era nulo en la falla F_x pero valía $\vec{r} = -1/4[210]$ para F_o . Es decir que la relajación era mayor en las fallas de huecos que en las fallas en las cuales los átomos estaban superpuestos.

Al revisar las dislocaciones de las fallas NB en la fase 2H encontramos un acuerdo excelente entre las imágenes experimentales y las simuladas si considerábamos que $\vec{r} = -1/4[210]$. Con este resultado entonces, la situación que describimos antes al comparar las relajaciones cambia, debido a que ahora:

$$\begin{aligned}\vec{\varepsilon}_1 &\sim -0.50[100] - 0.25[010] + 0.16[001]_{2H}, \\ \vec{\varepsilon}_o^B &\sim -0.35[100] - 0.25[010] + 0.018[001]_{18R}, \\ \vec{\varepsilon}_x^A &\sim -0.18[100] - 0.24[010] + 0.014[001]_{18R}.\end{aligned}$$

El valor de $\vec{\varepsilon}_1$ fue determinado en la Sección 5.2 y los valores de $\vec{\varepsilon}_o$ y $\vec{\varepsilon}_x$ se detallaron en la Sección 7.5.1. Con estos resultados se cumple que $|\vec{\varepsilon}_1| > |\vec{\varepsilon}_o^B|$. Comparando las relajaciones encontramos que las tres poseen componentes muy similares en $[010]$ y $[001]$ difiriendo únicamente en la componente en $[100]$.

A continuación analizaremos estas relajaciones y veremos que cuadran muy bien si pensamos a la relajación compuesta de dos partes. Una parte ajusta el volumen atómico en las fallas y da origen a la componente diferente en $[100]$ y la otra parte produce una relajación en el defecto que es similar en las tres fallas. Estas componentes se suman en las fallas F_1 de 2H y F_o de 18R, mientras que se compensan en la falla F_x de 18R haciendo que la relajación total en F_x sea menor en módulo que las relajaciones en las fallas de huecos.

9.2 Volumen atómico en las fallas NB

9.2.1 Fase 18R

Hemos mencionado que en las fallas F_o y F_x se espera que la relajación tenga una componente normal al plano de falla que tienda a juntar las partes en la primera ($\vec{\varepsilon}_o \cdot (\bar{2}39) > 0$) y a separarlas en la segunda ($\vec{\varepsilon}_x \cdot (\bar{2}39) < 0$). Analizaremos si las relajaciones encontradas satisfacen esta condición.

Si no hubiera relajación, los planos $(\bar{1}28)$ en las fallas F_o estarían separados $(\frac{1}{9} - \frac{2}{3}\rho)[100]$ debido a que ese desplazamiento es el producido por las fallas hexagonales (ver tabla 6.1). Por otro lado, en las fallas F_x pasaría lo contrario. Para que se conserve el volumen atómico, es necesario que la relajación compense estos cambios. La normal al plano de falla NB es el vector $(\bar{2}39)$ de la red recíproca cuyo módulo es 0.76 \AA^{-1} . Es decir que sin relajación, la separación o superposición de las partes es la componente del desplazamiento normal al plano de falla:

$$\pm(\frac{1}{9} - \frac{2}{3}\rho)[100] \cdot \frac{(\bar{2}39)}{0.76 \text{ \AA}^{-1}} = \mp 0.25 \text{ \AA},$$

donde hemos tomado $\rho = 0.026$.

El acercamiento de las partes debido a las relajaciones en las tablas 7.2 y 7.4¹, viene dado en \AA por $\vec{\varepsilon} \cdot (\bar{2}39)/0.76$ en las tablas 9.1 y 9.2, respectivamente, donde usamos la misma notación que en la tabla 7.1 para especificar los vectores relajación.

Tabla 9.1 Acercamiento de las partes en una falla F_o de la fase 18R en el caso 2: $F_o = F_B$.

	Acercamiento [\AA]
○ 1 : $\vec{\varepsilon}_o^B = [0.15, 0.03, 0.018]$	-0.06
○ 2 : $\vec{\varepsilon}_o^B = [0.65, 0.28, 0.018]$	-0.39
○ 3 : $\vec{\varepsilon}_o^B = [-0.35, -0.22, 0.018]$	0.26

Tabla 9.2 Acercamiento de las partes en una falla F_x de la fase 18R en el caso 2: $F_x = F_A$.

	Acercamiento [\AA]
□ 1 : $\vec{\varepsilon}_x^A = [-0.18, -0.24, 0.014]$	-0.31
□ 2 : $\vec{\varepsilon}_x^A = [0.32, 0.01, 0.014]$	-0.64
□ 3 : $\vec{\varepsilon}_x^A = [-0.68, -0.49, 0.014]$	0.02

Recordando que el acercamiento debe ser positivo para F_o y negativo para F_x ,

¹La tabla 7.2 corregida según las ecuaciones 7.35.

los casos que mejor ajustan son: $\bullet 3$, $\circ 3$, $\blacksquare 1$ y $\square 1$. Observamos que este resultado coincide con la solución encontrada anteriormente por ajuste del contraste.

El vector de orden $\frac{1}{2}[010]$ desplaza las partes 2\AA y por eso lo hemos descartado al considerar las relajaciones posibles.

9.2.2 Fase 2H

Por un análisis similar, esperamos que en las fallas F_1 la relajación tenga una componente normal al plano de falla que tienda a juntar las partes ($\vec{\varepsilon}_1 \cdot (\bar{2}31) > 0$). Si no hubiera relajación, los planos $(\bar{1}21)$ en las fallas F_1 estarían separados $(\frac{1}{6} - \rho)[100]$. La normal al plano de falla NB es el vector $(\bar{2}31)$ de la red recíproca cuyo módulo también es 0.76\AA^{-1} . Sin relajación, la separación de las partes es la componente del desplazamiento normal al plano de falla:

$$\pm(\frac{1}{6} - \rho)[100] \cdot \frac{(\bar{2}31)}{0.76 \text{\AA}^{-1}} = \mp 0.33 \text{\AA},$$

donde hemos tomado $\rho = 0.04$. El acercamiento de las partes debido a las posibles relajaciones $\vec{\varepsilon}_1$, para diferentes valores de \vec{r} en la ecuación 5.4, viene dado en \AA por $\vec{\varepsilon}_1 \cdot (\bar{2}31)/0.76$ en la tabla 9.3.

Tabla 9.3 Acercamiento de las partes en una falla F_1 de 2H para las diferentes relajaciones.

	Acercamiento [\AA]
$\vec{\varepsilon}_1 = [0.03, -0.03, 0.16]$	0.01
$\vec{\varepsilon}_1 + \frac{1}{4}[210] = [0.53, 0.22, 0.16]$	-0.32
$\vec{\varepsilon}_1 - \frac{1}{4}[210] = [-0.47, -0.28, 0.16]$	0.34

Debido a que el acercamiento debe ser positivo para F_1 , el caso que mejor ajusta corresponde a $\vec{r} = -\frac{1}{4}[210]$ como en el caso de la solución encontrada anteriormente por ajuste del contraste.

9.3 Plano de las fallas NB

A continuación analizaremos si el plano en que se encuentran las fallas NB es equivalente a algún plano macroscópico entre fases. De ese modo podremos establecer alguna similitud entre la relajación que se observa y la fase asociada con el plano.

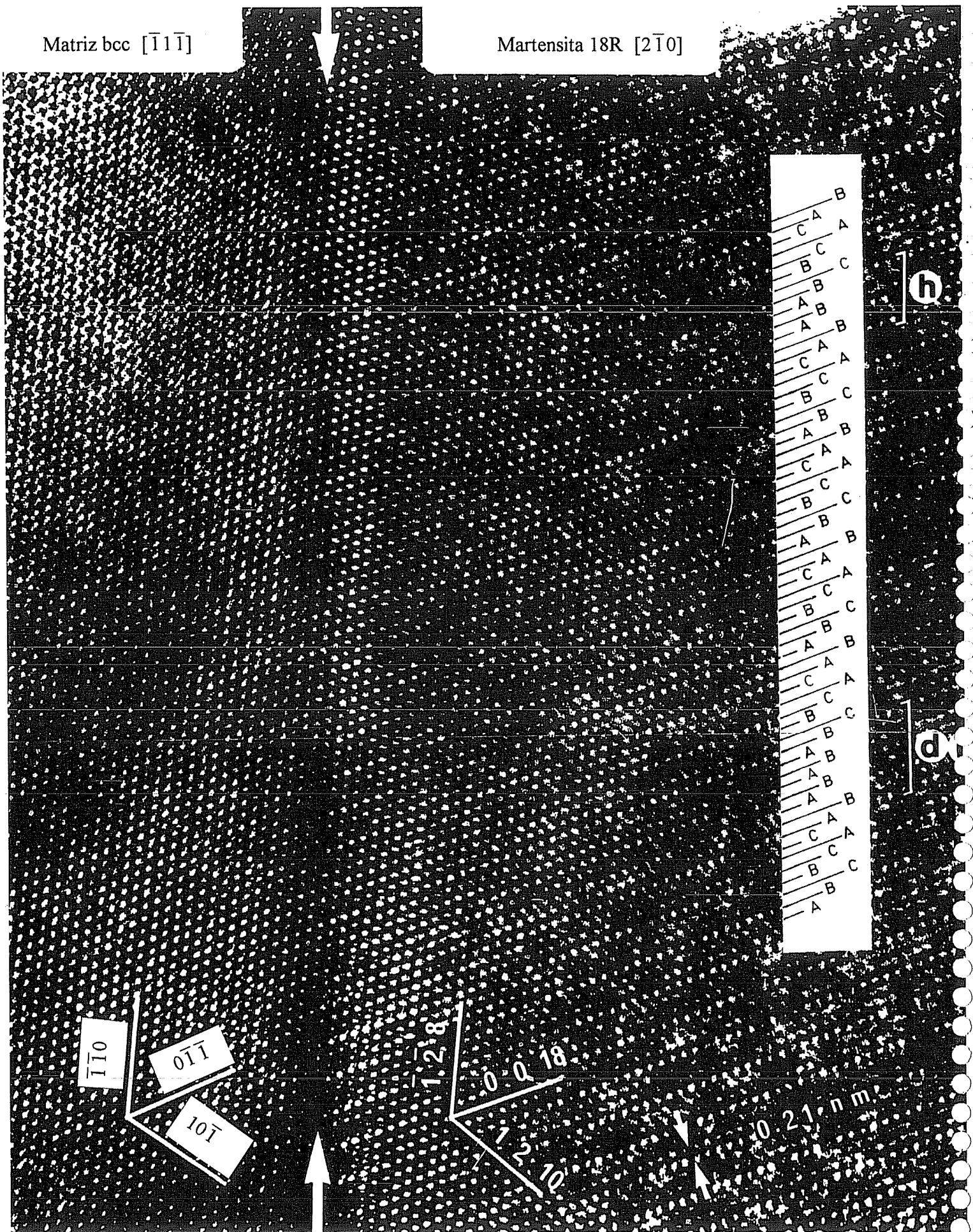
Matriz bcc $[\bar{1}1\bar{1}]$ Martensita 18R $[2\bar{1}0]$ 

Figura 9.1: Imagen de alta resolución del plano de hábito entre β y martensita 18R [46].

β hemos indicado por cruces las posiciones que los planos o direcciones adoptan luego de la transformación martensítica. Vemos que los resultados medidos en la figura 9.1 son consistentes con la ubicación de los diferentes vectores indicada en esta proyección.

En un monocristal monovariante de martensita, dos diferentes variantes de la matriz ordenada son cristalográficamente equivalentes [20]. Ambas están relacionadas por operaciones de simetría de la martensita. Estas operaciones de simetría consisten en una rotación de 180° alrededor del eje $[010]$ o una reflexión en el plano (010) . Esto indica que el eje de zona $[210]$ es equivalente al $[2\bar{1}0]$ y que el plano $(\bar{1}28)$ es equivalente al $(\bar{1}\bar{2}8)$. Como a los defectos NB los observamos desde la dirección $[210]$ y las fallas NB se encuentran en el plano equivalente al plano de hábito, compararemos los resultados encontrados en el capítulo anterior con esta “segunda variante de β ” que llamaremos β_2 .

En la figura 9.2 hemos rotado los polos de β alrededor del eje $[010]$ de la martensita en 180° . Los nuevos polos de la segunda variante de β están indicados por símbolos huecos. El resultado es que un polo tipo $[111]_{\beta_2}$ coincide con el eje de zona $[2\bar{1}0]$ y otro polo tipo $(110)_{\beta_2}$ coincide con la normal al plano $(1\bar{2}8)$. En cambio, los planos tipo $(110)_{\beta_2}$ cercanos a $(00\bar{1}8)$ y $(1\bar{2}10)$ quedan rotados respecto a estos últimos aproximadamente 4° alrededor del eje $[2\bar{1}0]$.

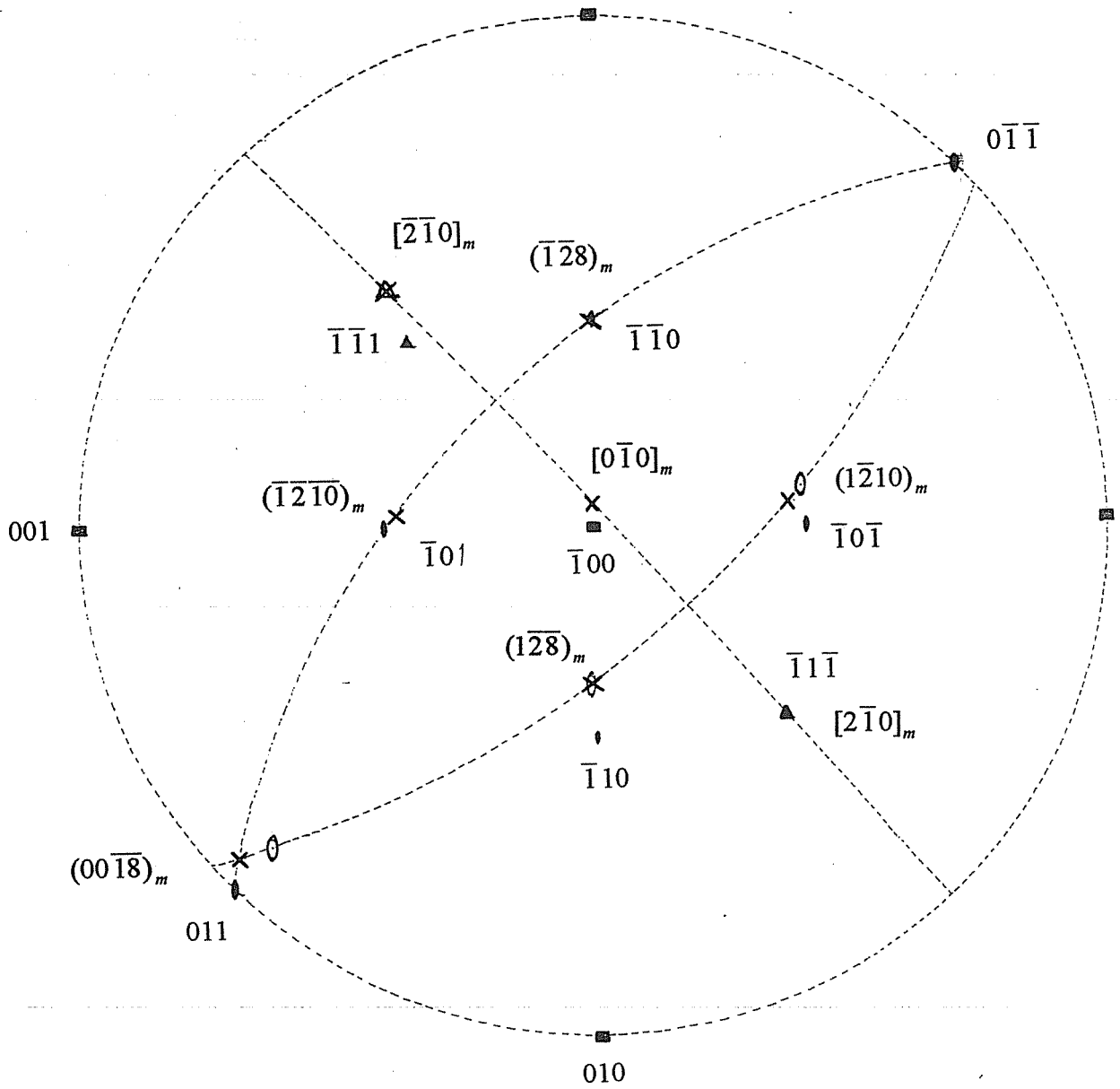
Comparando las rotaciones de los planos al pasar de martensita a β_2 (fig. 9.2) con las que sufren los planos en las fallas NB (fig. 8.2) notamos que:

- Los planos $(1\bar{2}8)$ no se alteran al cruzar el plano de hábito, como ocurre en las fallas NB.
- las rotaciones que sufren los planos $(00\bar{1}8)$ y $(1\bar{2}10)$ ocurren en el mismo sentido en el plano de hábito con β_2 y en las fallas NB.

Esto lo podemos visualizar comparando la imagen de la falla (fig. 8.1) con la del plano de hábito (fig. 9.1). Si bien esta imagen corresponde al plano de hábito entre $18R$ y β , puede interpretarse también como la imagen del plano de hábito entre $18R$ y β_2 desde el eje de zona $[2\bar{1}0]$ de martensita. Teniendo en cuenta este aspecto, las dos imágenes son directamente comparables y en ellas notamos que el plano de hábito coincide con el de falla.

El ángulo de rotación de los planos $(00\bar{1}8)$ y $(1\bar{2}10)$ debería ser de 4° si la relajación adoptara la estructura de β_2 , en cambio el ángulo observado es de alrededor de 2° . Recordemos que este plano de hábito se conserva si en vez de relajar a β_2 , el defecto relaja a una estructura intermedia entre β_2 y $18R$, que llamaremos fase G_2 . Tanto la rotación de los planos en las fallas NB en $18R$,

Figura 9.2: Relación de orientaciones entre la fase β original (símbolos llenos) y la martensita 18R (cruces). Los símbolos huecos indican la orientación de la segunda variante de β .



como el plano de falla, nos están indicando que la configuración atómica es la misma que se produce en la fase G_2 de β_2 que es la que resulta de aplicar un valor de deformación de corte macroscópica a β_2 cercano a $1/2\gamma_o$, donde γ_o es la deformación total necesaria para llevar β_2 a 18R.

9.4.2 Fase 2H

Para interpretar la relajación en las fallas NB en 2H haremos un análisis similar al detallado para la fase 18R. Así como en la imagen del plano de hábito 18R/ β observamos cómo rotaban los planos al pasar de una fase a la otra, determinaremos esto mismo para el plano de hábito 2H/(β +18R). Si bien la mezcla de β y 18R es inhomogénea, para nuestro análisis consideraremos que es una mezcla tan fina que resulta una fase homogénea intermedia que llamamos G.

A partir de los resultados de Pelegrina y Ahlers [7], y en colaboración con Pelegrina, hemos calculado la relación de orientaciones entre la fase 2H y la mezcla G aplicando la teoría fenomenológica de la transformación martensítica.

La transformación de la fase β a 18R que da origen a las placas finas de 18R que preceden a la aparición de 2H en [7], ocurre como ya hemos indicado en la figura 1.6. Los ejes $[100]$, $[010]$ y $[001]$ de 18R provienen de las direcciones paralelas a $[01\bar{1}]_\beta$, $[100]_\beta$ y $[0\bar{1}\bar{1}]_\beta$. Cuando la densidad de placas es tal que el 50% de la interfase es 18R y el otro 50% es β , aparece la fase 2H. Los ejes $[100]$, $[010]$ y $[001]$ de la fase 2H provienen de la misma terna en β que los ejes de la fase 18R. La orientación de la fase 2H en el sistema de coordenadas de β indicado en la figura 1.6 es:

$$\begin{aligned} [100]_{2H} // (-0.078477, 0.704536, -0.705316), \\ [010]_{2H} // (0.996916, 0.055459, -0.055524), \\ [001]_{2H} // (-0.000003, -0.707498, -0.706715). \end{aligned}$$

En la figura 9.3 hemos indicado la posición de algunos planos y direcciones en 2H (cruces) y en la fase mezcla G (círculos llenos). Llamaremos $(ijk)_G$ al plano de la fase mezcla G que proviene del (ijk) de la fase β . De esta figura notamos que:

- El eje $[2\bar{1}0]_{2H}$ no se altera al pasar a la fase mezcla G. Esto indica que es una dirección favorable para analizar cómo rotan los planos al cruzar el plano de hábito ya que éste, además, se encuentra prácticamente de canto. El eje $[2\bar{1}0]_{2H}$ además coincide con la dirección $[\bar{1}1\bar{1}]_\beta$ y $[2\bar{1}0]_{18R}$.
- El plano $(110)_G$ coincide con el plano $(110)_\beta$. Esto ocurre porque G es una estructura intermedia entre β y 18R y el plano $(110)_\beta$ no se altera al pasar a 18R.

- El plano $(011)_G$ rota alrededor de 2° respecto a $(011)_\beta$ en sentido del eje $[\bar{1}\bar{1}1]_\beta$, la mitad de lo que rota el plano basal de 18R. Lo mismo ocurre con el plano $(10\bar{1})_G$.
- El plano $(121)_{2H}$ cercano al plano de hábito, coincide con $(10\bar{1})_G$. Notemos la similitud con la transformación $\beta/18R$ en la cual el plano $(12\bar{8})_{18R}$ cercano al plano de hábito coincide con el polo $(110)_\beta$.
- Los planos $(110)_G$ y $(011)_G$ están rotados respecto a $(12\bar{1})_{2H}$ y $(00\bar{2})_{2H}$, respectivamente, alrededor de 2° en el sentido del eje $[\bar{2}10]_{2H}$.

Aplicando operaciones de simetría de la martensita 2H, podemos hacer coincidir al plano de hábito con el plano de falla, ya que hemos visto que éstos se encuentran en planos cristalográficamente equivalentes. Para ello debemos rotar los polos de la fase mezcla G, 180° alrededor del eje $[100]_{2H}$. Los nuevos polos de la variante cristalográfica de G, que hemos denominado G_2 , están indicados por círculos huecos en la figura 9.3. Un polo tipo $[111]_{G_2}$ coincide con el eje de zona $[210]_{2H}$ y otro polo tipo $(110)_{G_2}$ coincide con el plano $(1\bar{2}\bar{1})_{2H}$. En cambio, los planos tipo $(110)_{G_2}$ cercanos a $(00\bar{2})$ y $(1\bar{2}\bar{1})$, quedan rotados respecto a estos últimos aproximadamente 2° alrededor del eje $[\bar{2}10]$.

Debido a que no poseemos imágenes de alta resolución de las fallas NB en 2H desde esta dirección, analizaremos cómo se desplazan los planos al cruzar el plano de una falla, a partir del valor hallado para su vector desplazamiento (ec. 5.7):

$$\begin{aligned}\delta_{\bar{1}21} &\sim -0.06 \sim \text{despreciable}, \\ \delta_{002} &\sim 0.32, \\ \delta_{1\bar{2}\bar{1}} &\sim 0.38\end{aligned}\tag{9.1}$$

Es decir que los planos $(\bar{1}21)_{2H}$ prácticamente no se alteran al cruzar las fallas NB en 2H, mientras que los planos $(002)_{2H}$ y $(1\bar{2}\bar{1})_{2H}$ sufren un desplazamiento de aproximadamente 35% de la distancia interplanar. Notemos que el plano que menos se altera es el cercano al plano de falla. Estos desplazamientos son notablemente parecidos a los que se producen en las fallas NB en la fase 18R (ecs. 8.1 y 8.4).

A continuación asumiremos que las fallas NB en la fase 2H también pueden describirse en términos de rotaciones de los planos, en una zona de un cierto espesor comparable al de las fallas NB en 18R (fig. 9.4). Notamos que al llevar el desplazamiento a esta forma, los planos (002) y $(1\bar{2}\bar{1})$ rotan algunos grados en el sentido del eje $[\bar{2}10]_{2H}$. El plano $(\bar{1}21)$ permanece inalterado.

Figura 9.3: Relación de orientaciones entre la fase 2H (cruces) y la fase mezcla de β y 18R, que denominamos G (símbolos llenos). Los símbolos huecos corresponden a una variante cristalográfica de G que denominamos G_2 cuyo plano de hábito coincide con el plano de falla NB cercano a $(12\bar{1})_{2H}$.

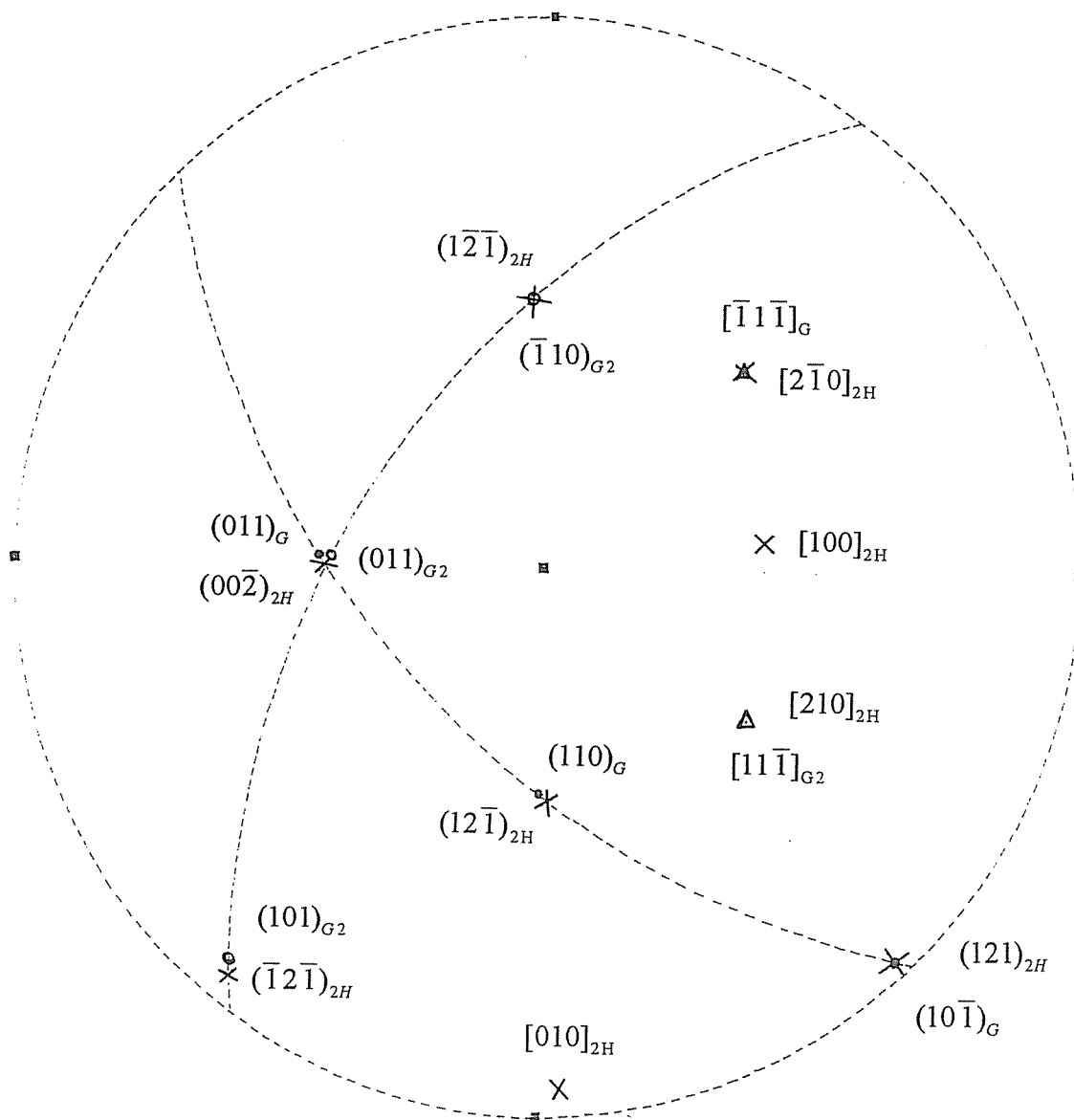
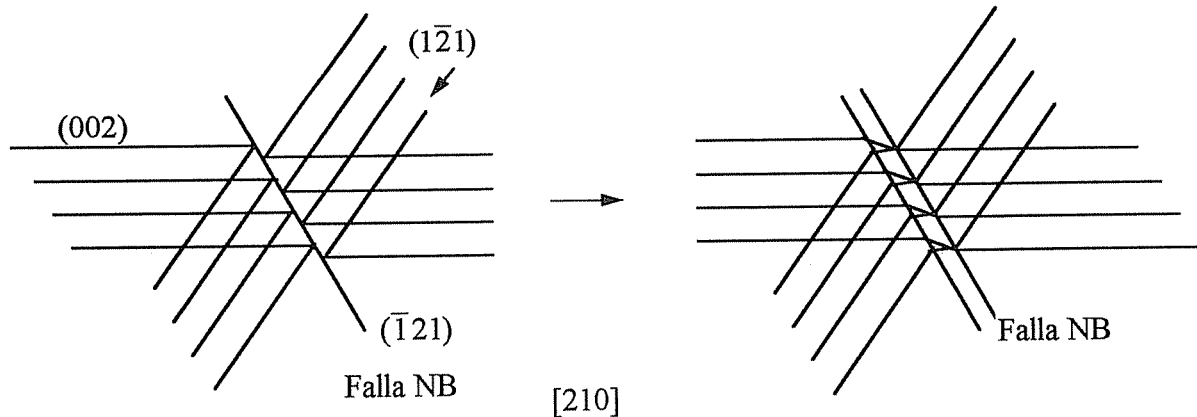


Figura 9.4: Determinación de la rotación de los planos en la fase 2H al cruzar a una falla NB, a partir del desplazamiento de los mismos.



Comparando las rotaciones de los planos al pasar de martensita 2H a la fase mezcla G_2 (fig. 9.3) con las que sufren los planos en las fallas NB, notamos que:

- Los planos $(1\bar{2}1)$ no se alteran al cruzar el plano de hábito, como ocurre en las fallas NB.
- las rotaciones que sufren los planos $(00\bar{2})$ y $(1\bar{2}1)$ ocurren en el mismo sentido en el plano de hábito con la fase G_2 y en las fallas NB.

Si bien el ángulo de rotación de los planos en las fallas NB no es conocido, es necesario que sea de 2° para que exista un plano interfase invariante. Esto es diferente en el caso de 18R en el cual, independientemente del ángulo de rotación de los planos, el plano interfase era el mismo.

Comparando el resultado encontrado en 18R con el de 2H podemos concluir que en las fallas NB la relajación lleva a la formación de una estructura intermedia que en ambos casos es una fase mezcla que hemos denominado G. Esta fase G se genera a partir de una fase β aplicando una deformación de corte macroscópica cercana a $\frac{1}{2}\gamma_o$, donde γ_o es la deformación total necesaria para llevar β a 18R. En el caso de 18R la relajación lleva a la formación de la fase G a partir de β_2 y en el caso de 2H se genera la fase G a partir de β , siempre que comparemos las fallas en planos cercanos, es decir, en $(\bar{2}39)_{18R}$ y $(\bar{2}31)_{2H}$.

9.5 Modelo para la relajación

En las secciones anteriores hemos establecido que dos componentes son importantes en la relajación de las fallas NB, tanto en 2H como en 18R. Una está relacionada con el volumen atómico en las fallas, y otra con la relajación local hacia otra fase impulsada por una minimización de la energía. En la fase 18R hemos observado por HRTEM que esta relajación hacia otra fase en las fallas NB se produce en una zona de cierto espesor, y dentro de esta zona los planos $(12\bar{8})$ y $(1\bar{2}10)$ pierden el corrugado característico que presentan en la fase 18R.

Para interpretar el resultado encontrado, nos remitiremos al modelo de Ahlers para la transformación martensítica [41] que describe el recorrido de los átomos durante la transformación.

9.5.1 Modelo de Ahlers para la transformación martensítica

De acuerdo a este modelo, la transformación martensítica puede descomponerse en tres partes.

1. Una deformación de corte homogénea (P_1) en un sistema de bajos índices: $(110)[\bar{1}10]_\beta$, que transforma a los planos $(011)_\beta$ en planos compactos (figura 9.5(a) [41]). Se considera, por simplicidad, que no cambian las distancias interatómicas (esferas rígidas). En esta estructura intermedia, el apilamiento de los planos compactos no es el correcto.
2. Una deformación de corte inhomogénea (P_2) que produce un desplazamiento relativo de los planos compactos, en la dirección \vec{d}_2 que luego resulta el eje $[100]$ de la martensita (fig. 9.5(b)). Al producir esta deformación, se da origen a la estructura con las fallas de apilamiento, cuya densidad se ajusta a la condición para producir un plano de hábito invariante.
3. Una distorsión homogénea (B_1) que ajusta los parámetros de red.

La notación referida a los planos de β es consistente con la que hemos presentado a lo largo de todo el trabajo y en particular con la de la figura 1.6. El plano $(110)_\beta$ se transforma en $(12\bar{8})$, que es el cercano al plano de hábito. Se observa que este plano no se rota durante los tres procesos, respetando la relación 1.13. Tampoco se altera la dirección $[2\bar{1}0]$ por lo que se cumple 1.14. En este modelo, la estructura final queda en la relación de orientaciones correcta respecto a la fase matriz.

El plano $(1\bar{1}0)_\beta$ se transforma en el $(\bar{1}28)$ que es el cercano al plano de las fallas NB.

Figura 9.5: a) Arreglo de átomos que representa la estructura bcc. El color indica el orden B2. Se indica el plano $[011]$. b) Estructura intermedia (EI) luego de la primera deformación de corte. Se muestra un plano compacto. La dirección d_2 corresponde al segundo sistema de deformación.

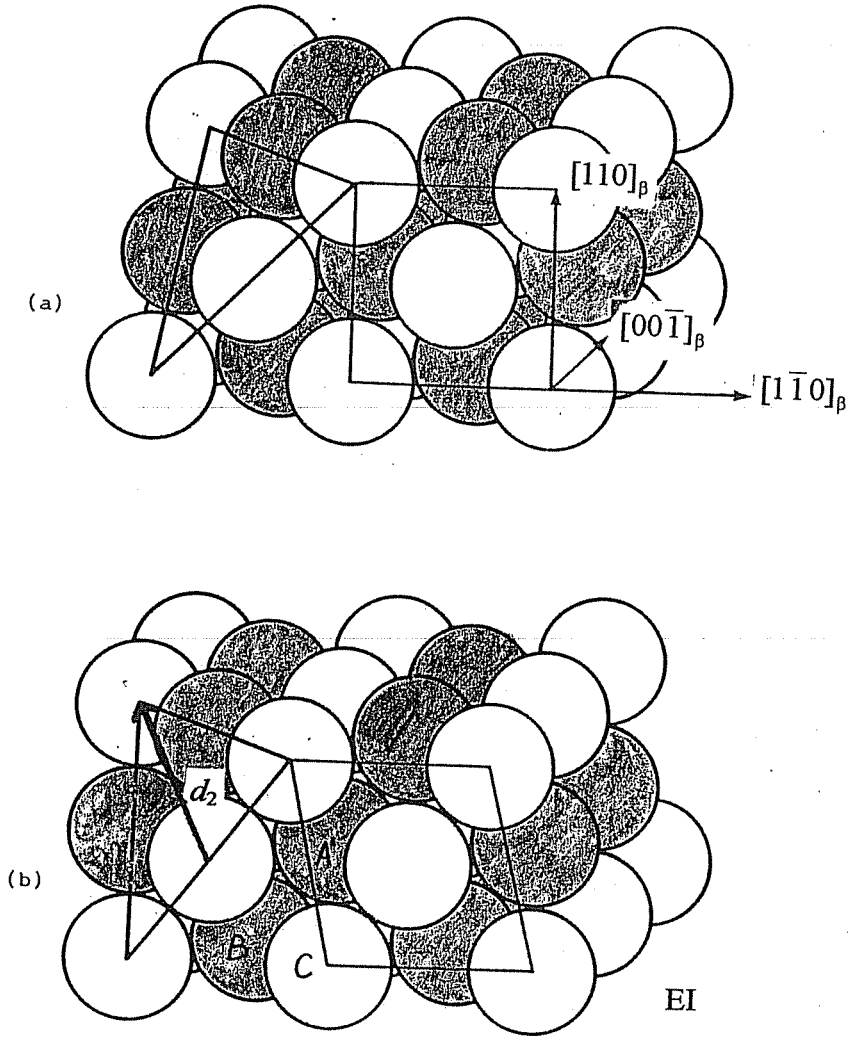
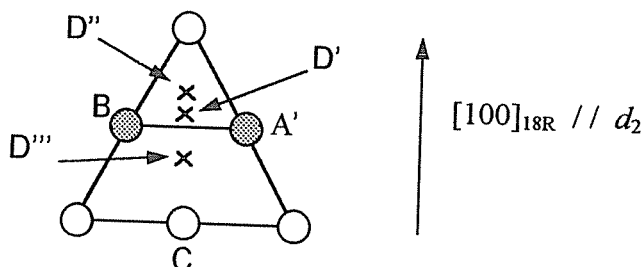


Figura 9.6: Deplazamientos durante la segunda deformación de corte entre planos basales. Las cruces indican la posición de los átomos en el plano superior. D' indica la posición antes de la deformación mientras que D'' y D''' indican las posibles posiciones finales.



9.5.2 Fase 18R

Sabemos que las fallas NB surgen durante la transformación martensítica. Eso significa que aparecen en el paso 2 del proceso antes descrito, cuando se da origen a los diferentes apilamientos a cada lado de la falla NB. Si no existiera relajación atómica, la falla NB adoptaría la forma dibujada en la figura 3.4. Sin embargo, ahora podemos suponer que en la zona de las fallas NB no ocurre el paso 2 por problemas cristalográficos y queda retenida la estructura intermedia (EI).

La EI consiste en el apilamiento de planos compactos como se indica en la figura 9.6 en la posición D' , donde un plano está desplazado respecto al vecino en $\frac{4}{9}[100]$ (si no consideramos el orden). De acuerdo a este resultado, tenemos que el tercer plano que podemos apilar se encuentra desplazado $\frac{4}{3}[100]$ respecto al primero. Esto ocurre también en la 18R perfecta, aunque los desplazamientos relativos no sean homogéneos como en la EI sino inhomogéneos.

Recordando la figura 8.6, notamos que para eliminar el corrugado de los planos produjimos un desplazamiento relativo de algunos planos basales en $\frac{1}{9}[100]$. Este desplazamiento, sumado al desplazamiento inicial de $\frac{1}{3}[100]$ es equivalente a un desplazamiento total de $\frac{4}{9}[100]$. Además, cada tres planos la estructura coincide con la 18R perfecta. De esto concluimos que en la figura 8.6 lo que logramos fue la misma EI que se produce en la transformación martensítica.

A partir de la figura 3.4, en la cual las fallas NB presentan una distribución de huecos o superposiciones de $\sim \frac{1}{3}[100]$ cada tres planos basales, podemos producir la estructura intermedia como hicimos en el caso de la figura 8.6. En este caso encontramos que al perder el corrugado de los planos $(\bar{1}28)$, los huecos de $\frac{1}{3}[100]$

se achican a $\frac{1}{9}[100]$ y en los planos que eran continuos aparecen huecos del mismo tamaño: $\frac{1}{9}[100]$. Es decir que de este modo queda el mismo hueco en todos los planos. Algo equivalente ocurre en las F_x en las cuales resulta una superposición de $\frac{1}{9}[100]$ en todos los planos. La relajación en las fallas NB sería la que compense esta separación, es decir $\pm\frac{1}{9}[100]$ para F_x y F_o , respectivamente.

De este análisis resulta que si en las fallas NB queda atrapada la estructura intermedia, sin relajar a otra configuración atómica, los valores para la relajación son:

$$\begin{aligned}\vec{\varepsilon}_o^V &= -\frac{1}{9}[100], \\ \vec{\varepsilon}_x^V &= \frac{1}{9}[100],\end{aligned}\tag{9.2}$$

donde el supraíndice V indica que esta relajación ajusta las distancias interatómicas para que no haya cambio de volumen atómico en las fallas NB.

Si sólo quedara atrapada la estructura intermedia y no hubiera relajación extra, los planos basales no se deformarían al cruzar el defecto. Por otro lado, los planos $(1\bar{2}10)$ también cruzarían a las fallas NB sin sufrir desplazamiento. Esto puede visualizarse en la figura 8.12: produciendo la relajación 9.2 desaparece el quiebre de los planos SR. Estas observaciones nos indican que debe existir además otra componente para la relajación. Como el volumen ya ha sido ajustado, la componente extra debe ser paralela al plano de falla.

Al ajustar el cambio de volumen por medio de la componente $\pm\frac{1}{9}[100]$ la estructura interna es la misma para las dos clases de fallas. Teniendo esto en mente esperamos que la segunda componente para la relajación sea parecida para F_o y F_x . A esta segunda componente para la relajación la llamaremos $\vec{\varepsilon}$. La relajación que propone este modelo es:

$$\begin{aligned}\vec{\varepsilon}_o^M &= \vec{\varepsilon}_o^V + \vec{\varepsilon} = -\frac{1}{9}[100] + \vec{\varepsilon}, \\ \vec{\varepsilon}_x^M &= \vec{\varepsilon}_x^V + \vec{\varepsilon} = \frac{1}{9}[100] + \vec{\varepsilon}.\end{aligned}\tag{9.3}$$

Analizaremos que dirección es cristalográficamente favorable para producir una relajación adicional sobre los planos $(\bar{1}28)$. Si consideramos a la estructura intermedia como provino de β , tenemos que la deformación de corte P_1 desplazó a los planos $(110)_\beta$ unos sobre otros hasta dejarlos apilados. Es decir, antes de la deformación los átomos de los planos $(110)_\beta$ tenían dos puntos de contacto con los átomos del plano $(110)_\beta$ vecino; luego, pasaron a tener tres puntos de contacto. Por equivalencia cristalográfica resulta que lo mismo pasó con los planos $(1\bar{1}0)_\beta$.

Si bien los átomos no están distribuidos en forma compacta en estos planos, el módulo de corte para el sistema $\{110\} < \bar{1}\bar{1}0 >_{\beta}$ es pequeño [41].

Consideremos que la EI atrapada es suficientemente ancha. En esta EI podemos deslizar los planos $(1\bar{1}0)_{\beta}$, debido a que son casi paralelos al plano de falla. La única dirección posible es la opuesta a la que se produjo durante la deformación P_1 , es decir, la que proviene de $[110]_{\beta}$. Si sobre estos planos aplicamos una deformación de corte de la misma magnitud que P_1 obtenemos la fase β_2 . Si bien esta fase es exactamente la misma que la β original, puede visualizarse que está rotada algunos grados. Esta segunda variante de β posee el plano de hábito que coincide con el plano de falla.

Analizaremos cuál es la dirección de desplazamiento de los planos $(1\bar{1}0)_{\beta}$. En la figura 9.7 hemos dibujado este plano visto desde la normal $(1\bar{1}0)_{\beta}$ que corresponde a $(\bar{1}28)$, y hemos indicado dos vectores que provienen de la martensita. A partir de estos vectores obtenemos que la dirección de desplazamiento es $\vec{d} = \frac{1}{18}[\bar{1}0\bar{9}1]$. Un hecho importante para destacar es que esta dirección de deslizamiento no rompe el orden atómico.

Observando las fallas desde la normal al plano $(\bar{1}28)$ las vemos “desde arriba”. Entonces, nos interesa el desplazamiento de los planos de abajo respecto a los de arriba. Este desplazamiento es en la dirección positiva de \vec{d} .

Para obtener la segunda variante de β , el desplazamiento necesario es $\frac{1}{8}\vec{d}$ por cada plano. Es decir que si n planos se desplazan esta magnitud, la relajación total será $\frac{n}{8}\vec{d}$. Si ahora permitimos que la zona intermedia atrapada en las fallas NB se adelgace al espesor mínimo que exigen las condiciones de contorno, tendremos que la capa intermedia de β se reduce a unos pocos planos.

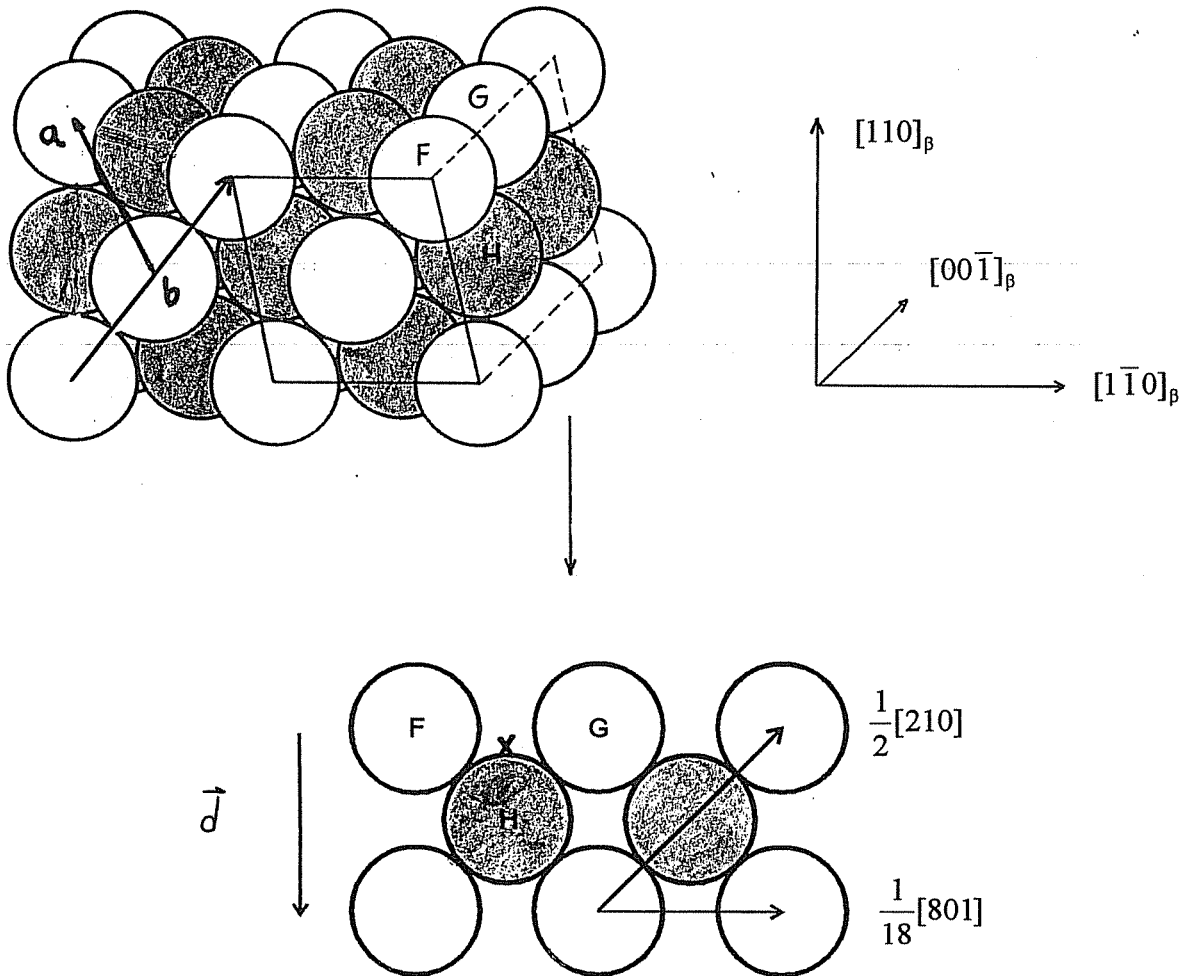
Si la relajación es tal que se forma una capa de β_2 en las fallas NB, entonces:

$$\begin{aligned}\vec{\varepsilon}_o^M &= -\frac{1}{9}[100] + n_1\frac{\vec{d}}{8}, \\ \vec{\varepsilon}_x^M &= \frac{1}{9}[100] + n_2\frac{\vec{d}}{8}, \\ \vec{d} &= \frac{1}{18}[\bar{1}0\bar{9}1]_{18R},\end{aligned}\tag{9.4}$$

donde n_i depende del espesor de cada clase de falla NB. Vemos que el segundo término introduce la componente en $[001]$ que no aporta el primero. Para que la componente en $[001]$ sea la observada (ec. 7.35), $n_1 \approx n_2 \approx 2$ ó 3.

Según el resultado encontrado por observaciones de HRTEM (Capítulo 8), el espesor del defecto es de 1.5 nm, espesor que corresponde a siete planos aproximadamente. Por otro lado, una relajación hacia la segunda variante de β produciría rotaciones de los planos (0018) y $(1\bar{2}10)$ de 4° (ver fig. 9.2), mientras que las

Figura 9.7: Plano en la estructura intermedia que proviene de $[1\bar{1}0]_{\beta}$, donde se indica la dirección de desplazamiento \vec{d} de los átomos para producir la relajación en las falla NB. La cruz indica la posición de un átomo en el plano superior en la estructura intermedia.



observaciones indican que es de alrededor de 2° . Estos valores pueden ser reproducidos por el modelo propuesto si en vez de relajar estrictamente a β_2 se relaja a una estructura que se le acerca. Para ello proponemos que el desplazamiento de los planos $(\bar{1}28)$, en vez de ser $\vec{d}/8$, sea $\vec{d}/16$. En ese caso, el espesor es el doble, es decir de 4 a 6 planos, y la rotación de los planos (0018) y $(\bar{1}\bar{2}10)$ es la mitad (2°).

En la figura 9.8 hemos graficado los resultados experimentales (ecs. 7.35) para las relajaciones como en la figura 7.21, pero agregando los vectores que forman $\vec{\varepsilon}_o^M$ y $\vec{\varepsilon}_x^M$ en las ecuaciones 9.4. Podemos observar que la relajación que brinda el modelo es orientativa hacia los resultados experimentales. Por otro lado, este resultado justifica el hecho de que el plano de falla sea justamente el plano de hábito de la misma 18R pero con la segunda variante de β . Resulta de ese modo una interfase coherente y por lo tanto de baja energía.

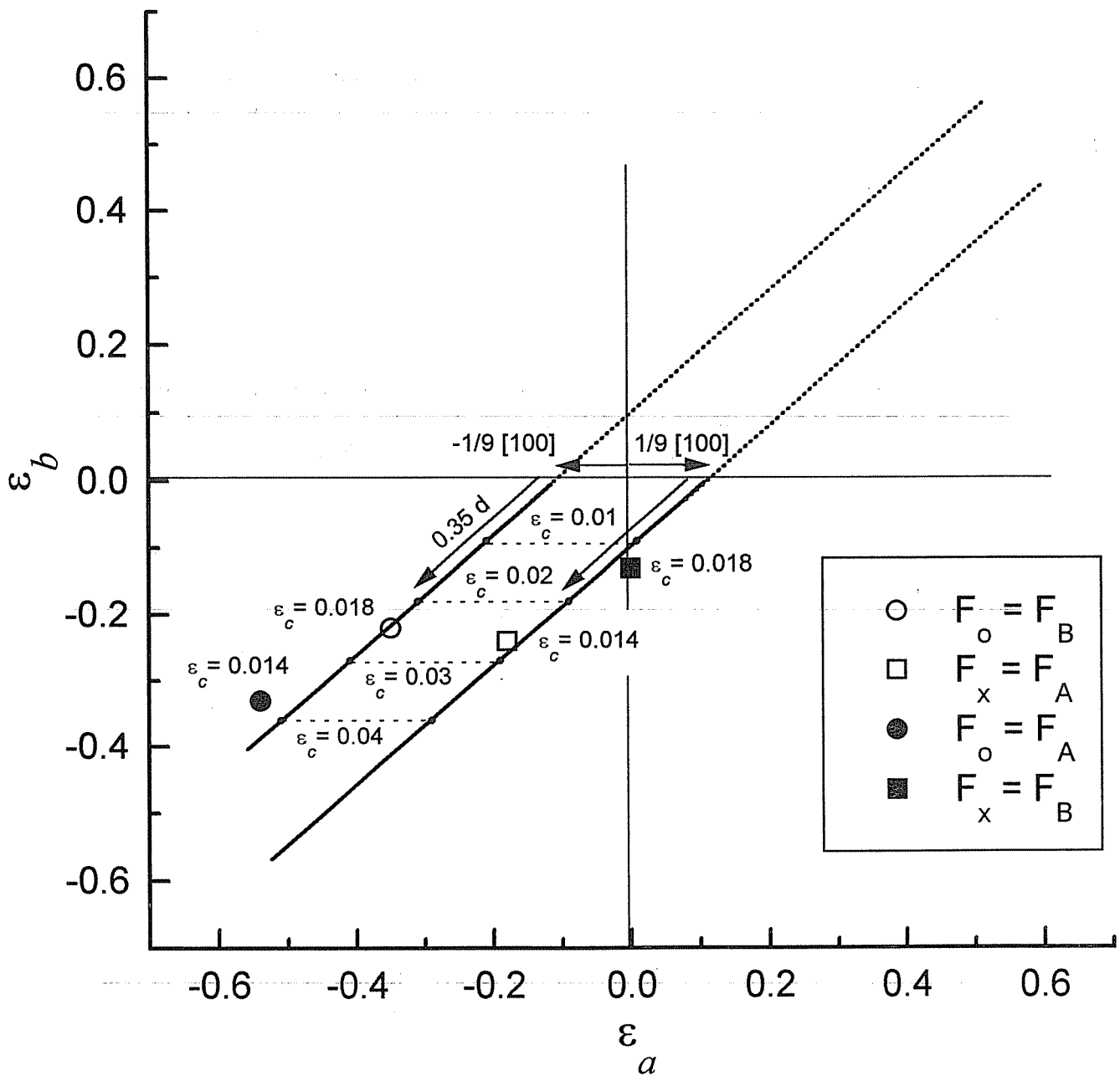
9.5.3 Fase 2H

Aplicaremos el mismo análisis hecho en la fase 18R a la fase 2H, recordando que las fallas NB en 2H y 18R son prácticamente paralelas (considerando las operaciones de simetría). Teniendo en cuenta el experimento en [7] supongamos que en la figura 9.5 aplicamos una deformación de corte que sea la mitad. En ese caso, los planos $(1\bar{1}0)_\beta$ que van a ser cercanos al plano de falla NB en 2H, quedan rotados pero con la misma distribución atómica, y pasan a ser los planos $(1\bar{1}0)_G$ que mencionamos anteriormente. Vimos que estos planos coinciden exactamente con los planos $(\bar{1}21)_{2H}$. Supongamos que alrededor de una falla NB en la fase 2H también eliminamos el corrugado de los planos $(\bar{1}21)$ y $(\bar{1}\bar{2}1)$. En ese caso los planos quedan separados $1/6[100]$. Agregando una componente adicional paralela al plano de falla resulta que la dirección cristalográficamente favorable es el mismo \vec{d} en la figura 9.7. En la fase 2H \vec{d} posee los siguientes índices $\vec{d} = 1/2[\bar{1}\bar{1}1]_{2H}$. Según este modelo, la relajación atómica en las fallas NB en la fase 2H resulta:

$$\begin{aligned}\vec{\varepsilon}_1^M &= -\frac{1}{6}[100] + n_3 \frac{1}{2} \frac{\vec{d}}{8}, \\ \vec{d} &= \frac{1}{2}[\bar{1}\bar{1}1]_{2H},\end{aligned}$$

donde n_i depende del espesor de la falla NB en 2H y hemos asumido que la relajación ocurre hacia la fase mezcla G y por eso aparece el factor $1/2$ multiplicando a $\vec{d}/8$. Para que la componente en $[001]$ sea la observada $n_3 \approx 5$. Notemos que n_3 resulta del orden de n_1 y n_2 .

Figura 9.8: Comparación entre la relajación hallada experimentalmente y la que predice el modelo. Esta última consta de dos partes, la primera es $\pm (1/9) [100]$ y la segunda es parecida para ambas y paralela a $\vec{d} = (1/18)[\bar{1}0\bar{9}1]_{18R}$. Las rectas indicadas son paralelas a \vec{d} y sobre ellas se especifican incrementos en $0.01[001]_{18R}$. La línea de trazos indica que continúan debajo del papel.



Cualitativamente el modelo describe a las fallas NB en 2H y 18R por los siguientes motivos:

1. Explica que la diferencia en las tres relajaciones radica en la componente [100]. Esto surge por la diferencia al ajustar el volumen atómico.
2. Explica por qué las componentes en [010] y [001] son las mismas en las tres fallas NB. Esto surge por el vector \vec{d} que es el mismo en ambas fases.
3. Explica los signos de las componentes de la relajación. Esto surge por las componentes del vector \vec{d} .

Si bien el resultado numérico del modelo es bastante aproximado, vemos que describe a la relajación en las fallas NB satisfactoriamente, tanto en la fase 2H como en la fase 18R.

9.6 Conclusiones

Resaltaremos las conclusiones más importantes del trabajo:

- Las fallas NB en la fase 2H poseen todas el mismo vector desplazamiento:

$$\vec{R} = 0.15[100] + 0.22[010] - 0.34[001]_{2H}.$$

- Las fallas NB en la fase 2H poseen dislocaciones en sus intersecciones con las fallas basales, cuyos vectores de Burgers pueden ser $\vec{\varepsilon}_1$ ó $\vec{\varepsilon}_1 + \vec{b}_{1/3}$ donde:

$$\vec{\varepsilon}_1 = -0.47[100] - 0.28[010] + 0.16[001]_{2H}$$

$$\text{y } \vec{b}_{1/3} = (\frac{1}{3} - 2\rho)[100].$$

- La relajación en las fallas NB en la fase 2H conserva el volumen atómico en los defectos y tiende hacia una configuración atómica que corresponde a una fase β deformada. Esta fase surge de aplicar una deformación de corte a la fase β en un valor $\frac{1}{2}\gamma_o$ donde γ_o es la deformación necesaria para producir la fase 18R.
- En la fase 18R encontramos dos clases de fallas NB, llamadas F_o y F_x , cuyos vectores desplazamiento son, respectivamente:

$$\vec{R}_o = 0.30[100] + 0.28[010] - 0.037[001]_{18R},$$

$$\vec{R}_x = 0.17[100] + 0.26[010] + 0.069[001]_{18R},$$

indeterminados por un vector de traslación en la estructura.

- Cada una de estas fallas NB en 18R puede poseer diferentes dislocaciones en sus extremos. F_o puede poseer una dislocación con vector de Burgers $\vec{\varepsilon}_o$ ó $\vec{\varepsilon}_o + \vec{b}_{1/3}$, mientras que F_x puede poseer dislocaciones con vector de Burgers $\vec{\varepsilon}_x$ ó $\vec{\varepsilon}_x - \vec{b}_{1/3}$, donde:

$$\begin{aligned}\vec{\varepsilon}_o &= -0.35[100] - 0.22[010] + 0.018[001]_{18R}, \\ \vec{\varepsilon}_x &= -0.18[100] - 0.24[010] + 0.014[001]_{18R}\end{aligned}$$

y $\vec{b}_{1/3} = (\frac{1}{3} - 2\rho)[100]$, igual que en la fase 2H.

- La relajación en las fallas NB en la fase 18R también conserva el volumen atómico en los defectos y tiende hacia una configuración atómica que corresponde a una fase β deformada, con las mismas características de la que surge en las fallas NB de la fase 2H.

En este contexto, las fallas NB deberían resultar móviles en las dos fases. Este hecho es una observación interesante que puede explicar la configuración de fallas de la imagen 8.14. Podemos considerar que todas las fallas NB de esa imagen eran en principio, partes de una sola, y que ésta poseía escalones de fallas basales de los dos tipos, unos que igualan y otros que desplazan las secuencias a cada lado de la falla NB como en la figura 8.20. En las partes en que los escalones igualan las secuencias, la falla NB puede seccionarse resultando la configuración que se observa. En cambio en los escalones opuestos la falla no puede partirse pero puede moverse como un todo.

Debido a las configuraciones que forman las fallas basales con las fallas NB concluimos que las fallas basales a los costados de una falla NB no pueden surgir independientemente de cada lado. Si suponemos que todo crece al mismo tiempo podemos también explicar que existan pequeños tramos de las fallas NB en los cuales los apilamientos coinciden. De acuerdo al modelo propuesto, la relajación hacia una estructura intermedia también podría darse cuando los apilamientos coinciden. En ese caso desaparecería la componente necesaria para ajustar el volumen atómico.

Otra propiedad importante que deben cumplir estas fallas, es que deben desaparecer al retransformar a la fase matriz. En este mismo contexto, este hecho ocurre debido a que hay una sola forma de recuperar la fase β original.

Por último podemos mencionar que al aparecer una fase homogénea intermedia, vectores que no eran de traslación en la fase martensítica pueden resultarlo en los defectos, dando origen a nuevos sistemas de deformación plástica.

Bibliografía

- [1] P.L. Rodríguez, A. Cuniberti, R. Romero y F.C. Lovey, *Scripta metall. mater.* **27**, 1133 (1992).
- [2] T. Ohba, T. Finlayson y K. Otsuka, *J. Physique IV* **5**, C8-1083 (1995).
- [3] A. Tolley y M. Ahlers, *Scripta metall.* **23**, 2117 (1989).
- [4] G. Petzow y G. Effenberg Eds., Ternary Alloys (VCH Publishers, New York) (1992).
- [5] R. Rapacioli y M. Ahlers, *Scripta Met.* **11**, 1147 (1977).
- [6] J.L. Pelegrina y M. Ahlers, *Acta metall. mater.* **40**, 3205 (1992).
- [7] J.L. Pelegrina y M. Ahlers, *Acta metall. mater.* **40**, 3221 (1992).
- [8] J.L. Pelegrina y M. Ahlers, *Acta metall. mater.* **38**, 293 (1990).
- [9] M. Ahlers, *Scripta metall.* **8**, 213 (1974).
- [10] F. Saule y M. Ahlers, *Acta metall. mater.* **40**, 3229 (1992).
- [11] F. Saule y M. Ahlers, *Acta metall. mater.* **43**, 2373 (1995).
- [12] A. Abu Arab y M. Ahlers, *Acta metall.* **36**, 2627 (1988).
- [13] R. Rapacioli y M. Ahlers, *Acta metall.* **27**, 777 (1979).
- [14] C.M. Wayman, H.K.D.H. Bhadeshia en: Physical Metallurgy, R.W. Cahn y P. Haasen Eds. North-Holland (1996).
- [15] G. Guenin, R. Pynn, D. Ríos Jara, L. Delaey y F.P. Gobin, *Phys. Stat. Sol.(a)* **59**, 553 (1980).
- [16] A.M. Condó, Trabajo especial de licenciatura, Instituto Balseiro, Universidad Nacional de Cuyo (1991).

- [17] J. De Vos, E. Aernoudt y L. Delaey, *Z. Metallkde.* **69**, 438 (1978).
- [18] H. Tas, L. Delaey y A. Deruyttere, *Met. Trans.* **4**, 2833 (1973).
- [19] M. Spangler Andrade, Tesis doctoral, Katholieke Universiteit Leuven (1983).
- [20] F.C. Lovey, A. Amengual y V. Torra, *Phil. Mag. A* **64**, 787 (1991).
- [21] K. Otsuka y K. Shimizu, *Jap. J. Appl. Phys.* **8**, 1196 (1969).
- [22] Z. Nishiyama, J. Kakinoki y S. Kajiwara, *J. Phys. Soc. Japan* **20**, 1192 (1965).
- [23] S. Kajiwara, *J. Phys. Soc. Japan* **30**, 768 (1971).
- [24] M. Andrade, M. Chandrasekaran y L. Delaey, *Acta metall.* **32**, 1809 (1984).
- [25] F. C. Lovey, *Acta metall.* **35**, 1103 (1987).
- [26] M. Zhu, D.Z. Yang y C.L. Jia, *Metall. Trans.* **20A**, 1631 (1989).
- [27] F.C. Lovey, G. Van Tendeloo y S. Amelinckx, *Phys. Stat. Sol. (a)* **85**, 29 (1984).
- [28] A.M. Condó y F.C. Lovey, *Phil. Mag. A* **70**, 63 (1994).
- [29] F.C. Lovey, G. Van Tendeloo, J. Van Landuyt, L. Delaey y S. Amelinckx, *Phys. Stat. Sol. (a)* **86**, 553 (1984).
- [30] M. Andrade, L. Delaey y M. Chandrasekaran, *J. Physique* **43**, C4-673 (1982).
- [31] A. Howie y M.J. Whelan, *Proc. Roy. Soc.* **A263**, 217 (1961).
- [32] P.B. Hirsch, R.B. Nicholson, A. Howie, D.W. Pashley y M.J. Whelan, *Electron microscopy of thin crystals*, ed. Butterworths (1965).
- [33] S. Amelinckx, R. Gevers y J. Van Landuyt, *Diffraction and imaging techniques in material science*, Vol. 1 (1979).
- [34] S. Amelinckx, The direct observation of dislocations, *Solid State Physics*, sup. 6 (1964).
- [35] F.A. Jenkins y H.E. White, *Fundamentals of optics* (McGraw-Hill) (1976).
- [36] J.F. Nye, *Physical properties of crystals* (Clarendon Press, Oxford) (1960).
- [37] J.P. Hirth y J. Lothe, *Theory of dislocations* (McGraw-Hill, New York) (1968).

- [38] A.K. Head, P. Humble, L.M. Clarebrough, A.J. Morton y C.T. Forwood en: Defects in crystalline solids Vol.7, S. Amelinckx, R. Gevers y J. Nihoul Eds. (North-Holland, Amsterdam) (1973).
- [39] D. Ríos Jara, Tesis doctoral, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon et Université Claude-Bernard Lyon 1 (1984).
- [40] High-Resolution Electron Microscopy and Associated Techniques, P. Buseck, J. Cowley y L. Eyring Eds. (Oxford University Press, Oxford) (1992).
- [41] M. Ahlers, *Z. Metallkde.* **65**, 636 (1974).
- [42] B.D. Cullity, Elements of X-Ray diffraction, Addison-Wesley Publishing Company, (1978).
- [43] P.L. Rodríguez, F.C. Lovey, G. Guenin, J.L. Pelegrina, M. Sade y M. Morin, *Acta metall. mater.* **41**, 3307 (1993).
- [44] F.C. Lovey, W. Coene, D. Van Dyck, G. Van Tendeloo, J. Van Landuyt y S. Amelinckx, *Ultramicroscopy* **15**, 345 (1984).
- [45] A.E. Scuri y S. Paciornik, Image Processing System (comunicación personal)
- [46] F.C. Lovey, G. Van Tendeloo y J. Van Landuyt, *Scripta metall.* **21**, 1627 (1987).
- [47] P.A. Doyle y P.S. Turner, *Acta Cryst.* **A24**, 390 (1968).
- [48] International Tables of Crystallography (1992).
- [49] International Tables for X-Ray Crystallography V.III 237 (1962).

Trabajos publicados

A.M. Condó y F.C. Lovey,
Phil. Mag. A **70**, 63 (1994).

A.M. Condó y F.C. Lovey,
J. Physique IV, C8 Sup. au J. Physique III **5**, C8-811 (1995).

P.L. Rodríguez, A.M. Condó y F.C. Lovey,
Phys. Stat. Sol. (b) **197**, 279 (1996).

A.M. Condó y F.C. Lovey,
aceptado para su publicación en Materials for Smart Systems II, eds. E.P. George, R. Gotthardt, K. Otsuka, S. Trolrier-McKinstry y M. Wun-Fogle
(*Proc. MRS*, Boston, MA 1996).

Lattice relaxation around non-basal plane stacking defects in 2H martensite

By ADRIANA M. CONDO and FRANCISCO C. LOVEY

Centro Atómico Bariloche Comisión Nacional de Energía Atómica)
and Instituto Balseiro (Comisión Nacional de Energía Atómica and Universidad Nacional de Cuyo), 8400 S.C. de Bariloche, Río Negro, Argentina

[Received 6 December 1993 and accepted 14 December 1993]

ABSTRACT

Stacking faults produced in the spontaneous martensitic transformation of 2H Cu-Zn-Al alloys have been studied by means of transmission electron microscopy. They were found to lay in basal and inclined {231}-type planes, forming a domain-like structure. Since the extinction criterion was not followed by all the faults, image simulations based on the dynamical theory in the two-beam approximation were performed. The displacement vectors were determined by comparison between experimental and calculated images. The basal fault displacement vector was found to be $\mathbf{R} = [\pm(\frac{1}{3} + \delta), \frac{1}{2}, \frac{1}{2}]$ where δ takes into account the orthorhombic distortion of the unit cell. Further relaxations around the inclined faults were observed, giving rise to two types of fault F_1 and F_2 , having additional displacement vectors, $\varepsilon_1 = [-0.03, 0.03, -0.16]$ and $\varepsilon_2 = [-0.28, 0.03, -0.16]$ respectively, depending on the way that they are connected to the basal fault. The difference between displacement vectors of connected faults implied the presence of partial dislocations at the intersections of faults.

§1. INTRODUCTION

The microstructure of the 2H martensite in copper-based alloys has been found to be twinned as a condition for having an undistorted habit plane with the parent phase. In addition, stacking faults in basal and non-basal planes have been observed (Swann and Warlimont 1963, Warlimont and Delaey 1974, Lovey, Van Tendeloo and Amelinckx, 1984). Some of these faults have been studied in a Cu-Al alloy by high-resolution electron microscopy and the corresponding translation vectors have been determined (Lovey *et al.* 1984a).

Knowledge of the nature of the faults is important in relation to the mechanism of the martensitic transformation (Lovey *et al.* 1984a), and their interaction with the dislocations when plastic deformation takes place (Rodríguez, Cuniberti, Romero and Lovey 1992).

In this work the faults appearing in the 2H martensite of a Cu-Zn-Al alloy are analysed by transmission electron microscopy. The matching with computer-simulated images allows determination of the crystallographic translation vectors defining the faults and further relaxations around non-basal plane type of faults.

§2. EXPERIMENTAL DETAILS

A polyvariant 2H structure was induced, by lowering the temperature, from the β -phase of an alloy with the following composition: Cu-23.27 at.%, Al-6.44 at.%, Zn,

Detailed Study of Stacking Faults in Martensite

A.M. Condó⁽¹⁾ and F.C. Lovey

Centro Atómico Bariloche, Comisión Nacional de Energía Atómica, 8400 S.C. de Bariloche, Argentina

Abstract: Relaxations around non-basal plane stacking defects in Cu-Zn-Al martensite have been analyzed by transmission electron microscopy, in order to determine the fault planes and corresponding displacement vectors. Following the results obtained for the 2H phase, a model was proposed for the kind of non-basal faults present in the 18R monocrystalline martensite. Four kinds were found, each with a different relaxation.

1. INTRODUCTION

The microstructure of the 18R martensite phase in Cu-Zn-Al alloys has been found to be internally faulted in the basal plane as a condition for having an undistorted habit plane with the parent phase [1]. These faults were found to be of the sequence type [2-3] though they were formed during the martensitic transformation. Table 1 summarizes the kind of basal faults which were observed.

Table 1: Displacement vector for the basal plane faults in M18R.

Basal Fault	Sequence	Displ. vector (from [001])
Cubic	ABCBCACABCBACAB	$-1/18 [691] - \delta[100]$
Hexagonal	ABCBCACABABABCBCA	$1/18 [691] + \delta[100]$
Twin	ABCBCACABACABABC	$1/18 [69\bar{1}] + \delta[100]$
Supercubic	ABCBCACABCBACAB	$-1/18 [69\bar{1}] - \delta[100]$

As the structure is the modified 18R, the orthorhombical distortion has been taken into account in the second term of the displacement vectors in Table 1, where δ is a function of the lattice parameters $\delta = (b/(2a))^2 - 1/3$ [4]. Cubic and hexagonal (or twin and supercubic) faults have opposite displacement vectors. Cubic and hexagonals are the most commonly observed even though most of them are of the hexagonal type which are in favour of the invariant plane condition [4].

2. CRYSTALLOGRAPHIC ANALYSIS OF NON-BASAL PLANE FAULTS

An hexagonal fault can give rise to two kinds of non-basal plane (NBP) faults (fig 1a). One fault was called F_O and the other F_X . The basal planes indicated by arrows in fig. 1a were represented in fig 1b to show the holes (o) and superposition of atoms (x) that arise along the NBP faults. F_O (F_X) has one line of holes (superposed atoms) each three basal planes. The cubic basal fault gives rise to the same F_X and F_O faults, fig 1c. If most of the basal faults are of the hexagonal type, only F_O and F_X NBP faults would be expected. However it has been observed that at each side of these faults the crystal is highly faulted in the basal plane, so new configurations can arise.

⁽¹⁾ CONICET, Argentina.

Original Papers

phys. stat. sol. (b) 197, 279 (1996)

Subject classification: 61.72 and 64.70; 61.16; S1.2; S1.3; S4

*Centro Atómico Bariloche, Comisión Nacional de Energía Atómica and
Instituto Balseiro, CNEA and Universidad Nacional de Cuyo, Bariloche¹*

Quantitative Analysis of Dislocations in Relation with the Martensitic Transformation in Cu–Zn–Al Alloys

By

P. L. RODRÍGUEZ, A. M. CONDÓ, and F. C. LOVEY

(Received February 12, 1996; in revised form May 10, 1996)

A quantitative evaluation of the dislocation energies in relation with the $\beta \rightarrow 18R$ martensitic transformation in Cu–Zn–Al alloys has been performed. Dislocations produced by macroscopic deformation of the parent or martensitic phase have been considered. The crystallographic changes of the dislocations upon transformation have been established and the anisotropic theory of dislocations has been used to calculate their energy when embedded in β or martensite. Good agreement was found between the calculated separation of the partials and the corresponding line orientations for the minimum energy and the experimental results from transmission electron microscopy observations.

1. Introduction

The characteristics of the martensitic transformation can be greatly influenced by the interaction with the dislocations. Dislocations can be introduced in the material in several ways: during the quenching procedures [1, 2], by the martensitic transformation itself [1 to 7], by the plastic deformation of the parent phase [8], or the martensite [9].

The intrinsic thermoelasticity in single interface transformation has been attributed to creation of stacking faults due to the loss of translation symmetry of the dislocation Burgers vectors when absorbed by the martensite [10]. The evolution of the hysteresis loops with cycling has been related to the creation of dislocations and the further interaction with them [11, 12]. The plastic deformation of the β phase in Cu–Zn–Al alloys produces an increase of both the martensitic transformation stress and the hysteresis width [13, 14]. On the other hand, the two way shape memory effect (TWSME) has been assumed to be caused by the dislocations introduced during the training procedures [15 to 19]. Two aspects have been considered in this latter case. On the one hand, the stress fields around the dislocations can produce the nucleation of preferential variants [20 to 22]. On the other hand, the dislocations can have different energies depending on the crystallographic orientation of the variants in which they are embedded [22, 23].

Quantitative evaluation of some dislocation energies in the β phase of a Cu–Zn–Al alloy has been performed [24]. The relative stability of some dislocations embedded in the β phase matrix or in 2H martensite variants of a Cu–Al–Ni alloy has also been

¹) 8400 S.C. de Bariloche, Argentina.

STRUCTURAL DEFECTS IN THE 18R MARTENSITE OF CuZnAl SHAPE MEMORY ALLOYS

A.M. CONDO, F.C. LOVEY

Centro Atómico Bariloche, CNEA, 8400 San Carlos de Bariloche, Argentina.

ABSTRACT

The lattice relaxation at the type I faults in the 18R martensite was studied by high resolution TEM. Local atomic plane rotations and small changes of the interplanar distances were observed over a distance of 1.5 nm. It is shown that this distorted region can be rationalized as an intermediate structure between the martensite and the second variant of the parent phase.

INTRODUCTION

A large density of non-basal plane defects, called type I faults, are commonly observed in the 18R type of martensites. They have been studied by several authors either with conventional transmission electron microscopy (TEM) [1,2] or high resolution TEM [3,4]. Since the type I faults are connected to the basal plane stacking faults they would have the same displacement vector. However, it has been found [2] that a further relaxation occurs along the non-basal faults because of the mismatch of the atomic planes joining at the defects. Such relaxation could have important consequences on the mechanical properties of the 18R martensites serving as obstacles for dislocation gliding [5], or could be related in some way to the rubber-like behavior [6].

In this work the lattice relaxation at the type I faults was studied by high resolution TEM. Atomic plane rotations and local changes of the lattice parameters are reported. The results suggest that the atomic relaxation gives an intermediate structure approaching the second variant of the parent β phase.

EXPERIMENT

A single crystal of 18R martensite with an alloy composition of Cu -17.52 at% Al -12.96 at% Zn has been used. Thin foils with the zone axis along the [210] direction were polished as explained elsewhere [2]. The high resolution TEM images were taken with a Philips CM200 ultra twin microscope, operating at 200 kV, with an objective lens spherical aberration of 0.52 mm. The suitable underfocus to obtain the image of the projected structure was estimated to be around 63 nm, following the procedure outlined in [7]. An objective aperture with a diameter of 14 nm^{-1} was used.

RESULTS

A typical high resolution TEM image containing part of a type I defect is shown in Fig. 1. The basal plane stacking sequences at both sides of the defect are indicated. A careful observation shows that the (0 0 18) and the $(1 \bar{2} 10)$ planes are shifted upon crossing the defect, giving rise to an additional displacement vector in agreement with the previous finding [2].